

На правах рукописи

ПАНФИЛОВ Петр Евгеньевич

ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ И РАЗРУШЕНИЕ  
ТУГОПЛАВКОГО МЕТАЛЛА С  
ГРАНЕЦЕНТРИРОВАННОЙ КУБИЧЕСКОЙ РЕШЕТКОЙ

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
доктора физико-математических наук

Екатеринбург – 2005

Работа выполнена на кафедре физики конденсированного состояния Уральского государственного университета им. А.М. Горького и в Отделе перспективных материалов Института физики и прикладной математики Уральского государственного университета им. А.М. Горького.

Официальные оппоненты:

чл.-корр. РАН, д.ф.-м.н., профессор Романов Евгений Павлович,

д.ф.-м.н., профессор Наймарк Олег Борисович

д.ф.-м.н., профессор Чумляков Юрий Иванович

Ведущая организация – Институт физической химии РАН (г. Москва)

Защита состоится "10" ноября 2005 г. в \_\_\_\_ час. на заседании диссертационного совета Д 212.286.01 при Уральском государственном университете им. А.М. Горького по адресу: 620083, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, УрГУ, комн. 248.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Уральского государственного университета им. А.М. Горького.

Автореферат разослан "\_\_\_\_" \_\_\_\_\_ 2005 г.

Ученый секретарь диссертационного  
совета, д.ф.-м.н., с.н.с.

Кудреватых Н.В.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы.

Считается, что ГЦК металл – это пластичное твердое тело, деформирующееся за счет октаэдрического скольжения полных дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$ , не способное к сильному упрочнению при нагружении и разрушающееся на вязкий манер [1-3]. Если же он разрушается хрупко, то исключительно благодаря влиянию примесей [4]. Но, оказалось, существует металл с ГЦК решеткой, не укладывающийся в рамки данного правила – это тугоплавкий металл платиновой группы иридий, температура плавления которого равна  $2443^{\circ}\text{C}$  [5]. Это последний оставшийся практически неизученным металл с такой структурой.

Первая информация о механических свойствах иридия, появившаяся в начале 60-х годов прошлого века, показала, что они плохо согласуются с существующими представлениями о том, как должен себя вести ГЦК металл. Действительно, с одной стороны монокристаллы иридия обнаруживали значительную пластичность при аномально сильном упрочнении и разрушались сколом при растяжении [6-8], тогда как, при сжатии довести их до распада на части не удавалось вообще [7,9]. С другой стороны, в поликристаллическом состоянии иридий показывал типично хрупкое поведение: при комнатной температуре он разрушался практически без предварительного удлинения хрупко по границам зерен, а повышение температуры испытания не приводило к существенному подъему пластичности и смене моды разрушения с хрупкой на вязкую [10-13]. И вообще можно ли рассматривать такое поведение как отклонение от нормы, ведь, благодаря высокой температуре плавления, иридий занимает особое «крайнее» положение в ряду ГЦК металлов?

Сильное упрочнение иридия в процессе деформации, а также ограниченная пластичность и склонность к хрупкому разрушению делают его поведение близким к интерметаллидам ряда металлов, рассматриваемых сейчас в качестве перспективных конструкционных материалов [14]. Опыт последних десятилетий показывает, что решить проблему обрабатываемости такого сорта материалов, путем использования одних только технологических приемов, не удастся. Поэтому разработка и развитие физических моделей разрушения металлов и материалов на их основе рассматривается научным сообществом в качестве перспективного пути решения этой проблемы [15,16]. Иридий же является уникальной модельной субстанцией, поскольку с его помощью можно определить механизм сильного упрочнения и хрупкого разрушения чистого ГЦК металла.

Большинство подходов к проблеме хрупкости металлических материалов основано на представлении, что переход из хрупкого состояния в пластичное связан со значительным повышением подвижности дислокаций [3,17,18]. Иногда это явление называют вязко-хрупким переходом. В чистых ОЦК металлах такой переход детально изучен и связан с особенностями атомного строения [19]. В металлах же с ГЦК решеткой вязко-хрупкого перехода обнаружено не было [3,14-16]. Несмотря на это, для материалов на основе ГЦК металлов используют физические модели трещин, справедливость применения которых можно считать обоснованной только для кристаллов с вязко-хрупким переходом. В связи с чем, представляется актуальной разработка физических моделей разрушения, применимых к металлическим материалам с ГЦК решеткой, которые бы сочетали в себе одновременно как способность к пластической деформации, так и склонность к хрупкому разрушению.

**Цель работы** состоит: в детальном описании поведения иридия в поле механических сил; в аттестации механизмов его пластической деформации и разру-

шения; в определении «места» иридия среди металлов с ГЦК решеткой; и в разработке на этой основе физической модели хрупкого разрушения ГЦК металла.

### **Научная новизна.**

Впервые аттестован механизм пластической деформации и на его основе объяснены основные особенности механического поведения тугоплавкого ГЦК металла иридия.

Впервые определена собственная мода разрушения иридия в поликристаллическом состоянии и установлена причина его зернограницной хрупкости.

Описано развитие трещин в тонких фольгах тугоплавкого иридия и алюминия и установлено в чем состоит различие в поведении этих ГЦК металлов. Предложен механизм перехода от микротрещины к опасной трещине зигзагообразного профиля в тонкой фольге ГЦК металла.

Описано развитие трещин на боковых поверхностях монокристаллов иридия и покрытых галлием монокристаллов алюминия. Определены причины появления и механизмы роста трещин в этих материалах, а также установлена связь между траекторией движения трещины и морфологией поверхности изломов монокристаллических образцов.

Определено место тугоплавкого иридия среди металлов с ГЦК решеткой и сформулирована физическая модель хрупкого разрушения ГЦК металла.

### **Основные положения, выносимые на защиту.**

Иридий деформируется за счет октаэдрического скольжения полных дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$ ; вклад альтернативных механизмов при комнатной температуре либо отсутствует, либо исчезающе мал.

Высокие значения предела текучести тугоплавкого иридия по сравнению с ГЦК металлами, имеющими температуры плавления ниже  $2000^\circ\text{C}$ , обусловлены низкой подвижностью  $\langle 110 \rangle$  дислокаций (или сильными межатомными связями);

Сильное упрочнение при низких температурах и, как следствие, высокие значения предела прочности иридия связано с тем, что пластическая деформация в нем происходит за счет накопления в кристалле сеток дислокаций, которые из-за низкой подвижности  $\langle 110 \rangle$  дислокаций, не могут трансформироваться в малоугловые границы или ячеистую структуру;

Собственной модой разрушения иридия является хрупкое внутризеренное разрушение или транскристаллитный скол. Важно, такая мода разрушения не означает низкой пластичности материала. Появление зернограницной хрупкости в поликристаллических образцах вызвано охрупчивающим действием неметаллических примесей;

Развитие процесса разрушения в тонких фольгах иридия для просвечивающего электронного микроскопа не отличается от того, что происходит в фольге ГЦК металла с температурой плавления ниже  $2000^\circ\text{C}$ . Это обусловлено тем, что дислокационная сетка не является стабильной конфигурацией в тонкой фольге;

Развитие трещин на боковых поверхностях и, как следствие этого, разрушение транскристаллитным сколом монокристаллов иридия при приложении растягивающих нагрузок связано с потерей кристаллом «пластичности», которая происходит в результате накопления высокоплотных дислокационных сеток, которые препятствуют движению дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$ .

### **Научная и практическая значимость.**

Представленные в работе экспериментальные данные и физическая модель хрупкого разрушения пластичного металла представляют интерес для анализа причин и механизмов разрушения конструкционных материалов, созданных на основе ГЦК металлов. Кроме того, они могут быть использованы для разработки теоретических моделей, описывающих поведение пластичных, но склонных к сильному упрочнению кристаллов. А данные по испусканию дислокаций из микротрещин и формированию двойниковых ламелей представляются весьма полезными при обсуждении результатов работ, посвященных моделированию роста трещин в металлах. Приведенные в работе сведения о морфологии хрупкого внутризеренного и хрупкого межзеренного разрушения в чистом ГЦК металле можно использовать в качестве справочного материала при анализе причин разрушения металлических материалов.

### **Апробация результатов работы.**

Материалы диссертации докладывались и обсуждались на 16 всесоюзных, всероссийских и международных научно-технических конференциях, семинарах и совещаниях: VI Всесоюзной конференции «Физика разрушения» (Киев, 1989); XIII Всесоюзном совещании «Получение, структура, физические свойства и применение высокочистых монокристаллических тугоплавких и редких металлов» (Суздаль, 1990); I Международном семинаре «Эволюция дефектных структур в металлах и сплавах» (Барнаул, 1992); XV Черняевском совещании по «Химии, анализу и технологии платиновых металлов» (Москва, 1993); VII Международном семинаре «Структура дислокаций и механические свойства металлов и сплавов» (Екатеринбург, 1996); XVI Международном Черняевском совещании по «Химии, анализу и технологии платиновых металлов» (Москва, 1996); VI Международной конференции «Производство и эксплуатация изделий из сплавов благородных металлов» (Екатеринбург, 1996); II Международной конференции «Благородные и редкие металлы» (Донецк (Украина), 1997); International symposium on iridium, 2000 TMS Annual Meeting (Nashville (USA), 2000); IX «Национальная конференция по росту кристаллов» (Москва, 2000); III Международной конференции «Благородные и редкие металлы» (Донецк (Украина), 2000); 6th International Conference on Fundamentals of Fracture (ICFF-6) (Cirencester (U.K.) 2001); «Mechanisms and mechanics of fracture: symposium in the honor of Professor J. F. Knott», ASM 2002 Materials Solutions and TMS 2002 Fall Meeting (Columbus (USA) 2002); X «Национальной конференции по росту кристаллов» (Москва, 2002); II Международной конференции «Разрушение и мониторинг свойств металлов» (Екатеринбург, 2003); ICF Interquadrennial Conference «Fracture at Multiple Dimensions» (Moscow, 2003).

### **Объем и структура работы.**

Диссертация содержит 224 страницы, включая 327 рисунков, 9 таблиц и состоит из введения, шести глав, приложения, заключения и списка литературы из 101 наименования.

### **Публикации.**

Основные результаты диссертации отражены в 40 научных публикациях, включающих в себя 1 монографию, 15 статей в рецензируемых журналах, 4 статьи в сборниках международных конференций, а также 20 тезисов докладов в материалах всесоюзных, всероссийских и международных конференций и семинаров.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

### ВВЕДЕНИЕ

Во введении обосновывается актуальность темы, выбор модельного материала, дается аннотация диссертации с выносимыми на защиту положениями, а также приводятся сведения об ее апробации.

### ГЛАВА 1. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИРИДИЯ

Здесь проанализированы литературные данные о физико-механических свойствах иридия. Это химический элемент VIII группы периодической системы с атомным номером 77 и атомной массой 192,217, относящийся к металлам платиновой группы [5]. Иридий блестящий серебристый металл, обладающий кубической гранцентрированной решеткой с параметрами  $a = 383,9 \text{ pm}$ ,  $b = 383,9 \text{ pm}$ ,  $c = 383,9 \text{ pm}$ , пространственная группа Fm-3m. Его плотность составляет  $22650 \text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$ , температура плавления –  $2443^\circ\text{C}$ , температура кипения –  $4428^\circ\text{C}$ , он устойчив к действию кислот, щелочей и оксидных расплавов. Благодаря тугоплавкости и высокой коррозионной стойкости, иридий применяется в качестве контейнерного материала для работы в экстремально жестких условиях.

Традиционная схема химического аффинажа иридия требует значительно-го времени, но не гарантирует получения металла, свободного от опасных примесей, которыми считаются углерод и кислород. Альтернативная пирометаллургическая схема очистки иридия [20], включающая в себя (1) окислительный переплав скрапа в периклазовом (MgO) тигле, (2) электронно-лучевой переплав и (3) выращивание массивных монокристаллов иридия и его сплавов методом зонной плавки электронным лучом, позволяет получать обрабатываемый иридий, свободный от опасных неметаллических примесей.

Для поведения поликристаллических иридиевых образцов характерно малое удлинение (без образования шейки) до распада на части и его незначительный рост при увеличении температуры испытания (рис. 1). а также хрупкое внутризеренное разрушение при испытаниях при температурах до  $900^\circ\text{C}$  (рис. 2) [10]. В интервале температур  $700^\circ\text{C} \div 1600^\circ\text{C}$  разрушение становится смешанным – хрупким меж- и внутри- зерненным (рис. 3). Сильное упрочнение материала возможно связано с механическим двойникованием, хотя ход деформационных кривых вполне может быть описан в рамках феноменологической теории деформации для ГЦК металлов [10-13].

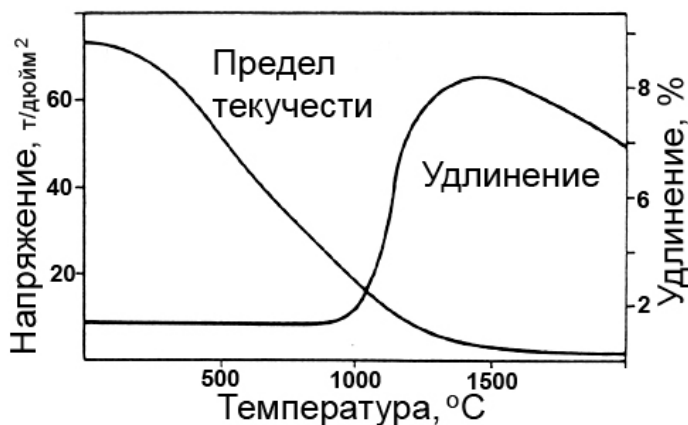


Рис. 1. Температурная зависимость предела текучести и удлинения до распада на части плоских поликристаллических образцов иридия (работа [10]).

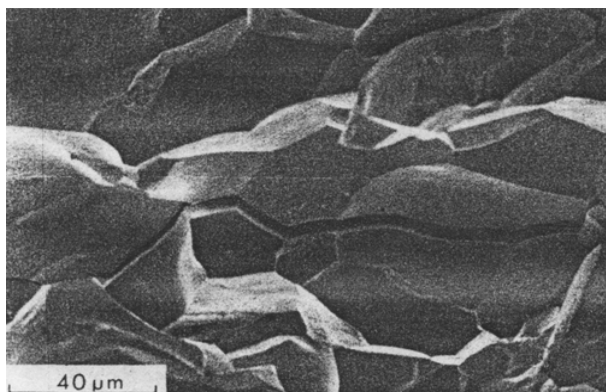


Рис. 2. Поверхность излома сплава Ir-0,3%W при комнатной температуре – хрупкое межзеренное разрушение (работа [21])

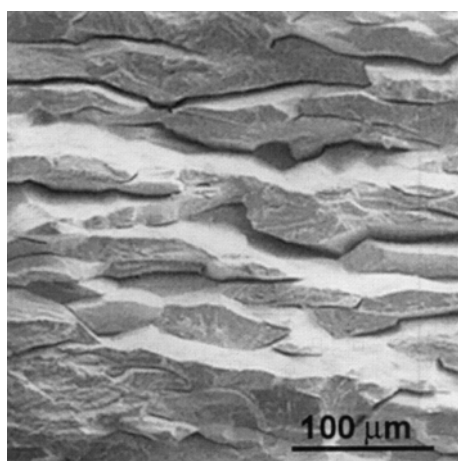


Рис. 3. Поверхность излома поликристаллического иридия после растяжения (скорость перемещения траверсов  $\sim 10^{-3}$  сек $^{-1}$ ) при 700°C [22].

Напротив, при комнатной температуре монокристаллические образцы распадались на части после значительного удлинения (до 80%), правда без образования шейки (рис. 4), несмотря на это их мода разрушения была аттестована как хрупкое внутризеренное разрушение или скол (рис. 5) [6,9]. При сжатии довести монокристаллы иридия до разрушения не удавалось, а их пластическое течение было близко к поведению такого ГЦК металла как медь (рис. 6) [6,9,23]. Сильное упрочнение монокристаллов при нагружении связали с аномально высокими упругими модулями иридия [24], хотя ход их деформационных кривых объяснили, исходя из того, что иридий деформируется как обычный ГЦК металл [7-9,23].

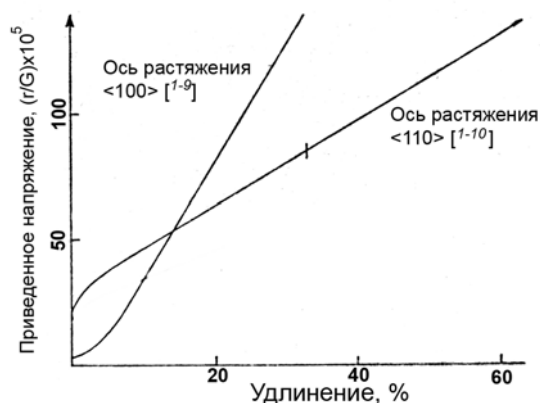


Рис. 4. Деформационные кривые (растяжение) монокристаллов иридия для разных температур [13].

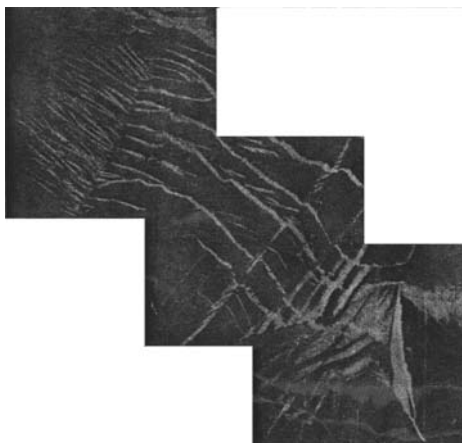


Рис. 5. Поверхность излома монокристалла иридия при растяжении вдоль направления [110] [8].

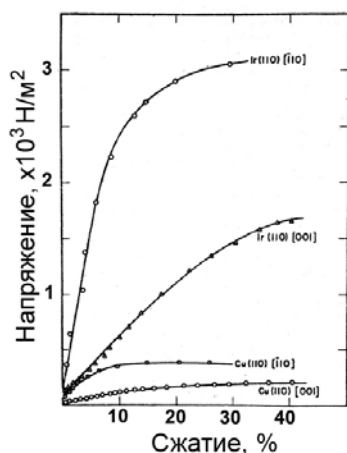


Рис. 6. Деформационные кривые (сжатие) монокристаллов иридия и меди при комнатной температуре: в координатах «напряжение-деформация» [9]).

В качестве причины склонности иридия к хрупкому разрушению, часть исследователей рассматривает влияние примесей [8,10,13], тогда как другая, ссылаясь на то, что иридий отвечает ряду эмпирических критериев скола, считает ее собственным свойством этого ГЦК металла [21].

К отличительным особенностям поведения иридия следует отнести: (1) высокие значения пределов текучести и прочности, которые у иридия на порядок больше, чем у других металлов с ГЦК решеткой; (2) различия в механических свойствах моно- и поли- кристаллов; (3) зернограничная хрупкость и связанная с ней пластичность поликристаллов; (4) отсутствие шейки в монокристаллических образцах при низких гомологических температурах; (5) формальное соответствие иридия ряду эмпирических критериев хрупкого разрушения. Однако проведенный анализ литературных данных показывает, что имеющиеся сведения о механических свойствах иридия отрывочны и противоречивы, и на их основании практически невозможно составить целостного представления о том, в чем конкретно состоит «аномальность» этого тугоплавкого металла с ГЦК решеткой. И поэтому, необходимо провести детальное изучение механических свойств и микроструктуры иридия, а также процесса развития трещин и морфологии поверхностей изломов иридиевых образцов.

## ГЛАВА 2. ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ИРИДИЯ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

В главе рассматриваются механические свойства монокристаллов иридия при комнатной температуре.



Монокристаллы иридия и его сплавов для испытаний были предоставлены Екатеринбургским заводом по обработке цветных металлов (ОАО «ЕзОЦМ»). Это был переработанный по пирометаллургической схеме металл, который можно считать свободным от опасных неметаллических примесей [20]. Из массивных монокристаллов на электроискровом станке вырезали образцы для испытаний на растяжение и сжатие в форме параллелепипедов с точно ориентированными боковыми гранями и осями приложения нагрузки. Рабочие поверхности монокристаллических образцов, предназначенных для испытаний на растяжение, в начале шлифовали на наждачных бумагах, а затем полировали электролитически в водном растворе хлористого кальция в переменном токе.

Деформационные кривые растяжения монокристаллов иридия жесткой ( $\langle 100 \rangle$ ) и мягкой ( $\langle 110 \rangle$ ) ориентировок показаны на рис. 7. У кристаллов, растягиваемых в направлении  $\langle 100 \rangle$ , предел текучести был порядка  $10 \div 20$  МПа. Величина же предела прочности зависела от деформации до распада на части, так при обычном для образцов такой ориентировки удлинении около 10% она была порядка 450 МПа, а при максимально возможном удлинении ( $\sim 20\%$ ) величина предела прочности достигала 600 МПа. При растяжении монокристаллов иридия вдоль направления  $\langle 110 \rangle$  предел текучести возрастал приблизительно на порядок  $\sim 100$  МПа, предел прочности находился в прежних пределах:  $450 \div 600$  МПа, а удлинение до разрушения увеличивалось в примерно  $3 \div 6$  раз. Несмотря на значительное удлинение, локализации деформации (образования шейки) на рабочих поверхностях образцов обнаружено не было, а по морфологии поверхности излома монокристаллов иридия была аттестована как хрупкое внутризеренное разрушение или транскристаллитный скол (см. рис. 8).



Рис. 7 Деформационные кривые монокристаллов иридия на растяжение вдоль жесткого  $\langle 100 \rangle$  и мягкого  $\langle 110 \rangle$  направлений.

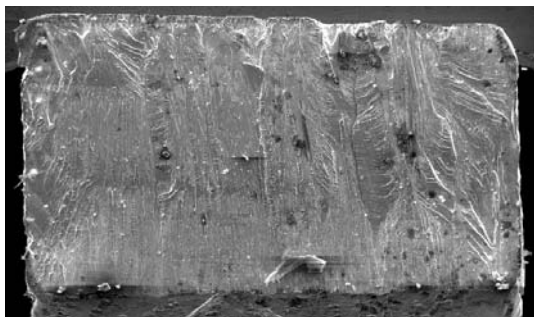


Рис. 8 Поверхность разрушения монокристалла иридия при растяжении (растяжение вдоль  $\langle 100 \rangle$  – удлинение  $\sim 15\%$ ).

Результаты испытаний монокристаллов иридия на сжатие при комнатной температуре представлены на рис. 9. Пределы текучести монокристаллов иридия с осями сжатия  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  и образцов, приготовленных из сильнодеформированного массивного монокристалла, размерами  $3 \times 2 \times 2$  мм были приблизительно равны 100 МПа. Для монокристаллических образцов размерами  $4 \times 3 \times 3$  мм этот параметр также был порядка 100 МПа. Как ожидалось, предел текучести для монокристаллов сплава Ir-3%Re-2%Ru увеличился по сравнению с

чистым иридием (~200 МПа), тогда как у кристаллов сплава Ir-0,3%W, который можно считать иридием после дугового переплава с вольфрамовым нагревателем, предел текучести не изменился (~100 МПа). Предел текучести поликристаллических образцов иридия был порядка 200 МПа. При нагружении наиболее сильно упрочнялись монокристаллы иридия, сжимаемые вдоль оси  $\langle 100 \rangle$ , а слабее всех кристаллы с осью сжатия  $\langle 110 \rangle$ . Образцы с осью  $\langle 111 \rangle$  занимали промежуточное положение. Кривые образцов, приготовленных из рекристаллизованного монокристалла, всегда шли чуть выше монокристалльных кривых, но ниже чем кривые монокристалла сплава Ir-3%Re-2%Ru. Несмотря на значительную деформацию, довести монокристаллы и образцы из сильнодеформированного массивного монокристалла иридия до распада на части, а значит, и определить их моду разрушения, не удалось.

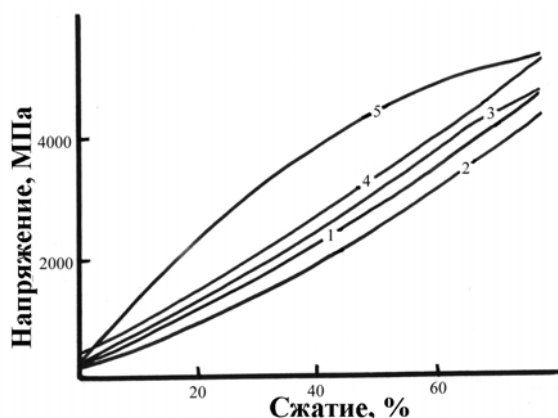


Рис. 9 Деформационные кривые монокристаллов иридия на сжатие: 1 – ось  $\langle 100 \rangle$ , 2 – ось  $\langle 110 \rangle$ , 3 – сильнодеформированный монокристалл, 4 – монокристалл Ir-3%Re-2%Ru, ось  $\langle 110 \rangle$ , 5 – монокристалл Ir-0,3%W, ось  $\langle 110 \rangle$ .

Из рис. 7 следует, что при растяжении монокристаллов иридия имеет место ориентационная анизотропия предела текучести, характера упрочнения и деформации до распада на части [25]. И это не удивительно, поскольку ориентационная анизотропия характерна для монокристаллов ГЦК металлов, хотя она никогда не была столь ярко выражена как в иридии [26]. При сжатии монокристаллы иридия ведут себя подобно нормальным гцк металлам: разница лишь в том, что их пределы текучести и напряжения деформирования близки к высокопрочным сплавам, но не к чистым металлам [27]. При такой схеме нагружения ориентационная анизотропия тоже есть, хотя она и выражена значительно слабее, чем при растяжении.

На основании данных о ходе деформационных кривых иридиевых образцов трудно дать однозначное заключение о механизмах пластической деформации в иридии. Однако результаты по испытаниям на сжатие дают основания полагать, что основным механизмом здесь является обычное для ГЦК металлов октаэдрическое скольжение. Действительно, никаких качественных отличий между иридием и нормальным ГЦК металлом при данной геометрии нагружения обнаружено не было, а значит, такой вывод вполне обоснован.

Изучение боковых поверхностей монокристаллических образцов для испытаний на растяжение до и после испытаний позволило оценить форму и геометрию распределения следов деформации в монокристаллах иридия, на основании чего была проведена аттестация механизмов пластической деформации при комнатной температуре.

На рис. 10 показана топограмма поверхности монокристалла иридия (плоскость куба, направление растяжения  $\langle 110 \rangle$ ) после распада на части при удлинении ~ 30%. Следы деформации представляли собой тонкие (~0,001 мм) линии, пересекающие образец от края до края под углом близким к  $90^\circ$ . Они располагались эквидистантно на расстоянии примерно 0,001 мм друг от друга и покры-

вали всю деформированную поверхность образца. Никаких признаков локализации деформации (возникновения шейки и повышенной плотности следов деформации) в месте возникновения опасной (магистральной) трещины обнаружено не было. Морфология рабочей поверхности практически не зависела от удлинения образца: даже в предразрывном состоянии следы были четко видны в микроскоп; на поверхности не было отмечено ни формирования деформационного рельефа, ни появления следов деформации другой ориентировки, ни двойниковых ламелей.

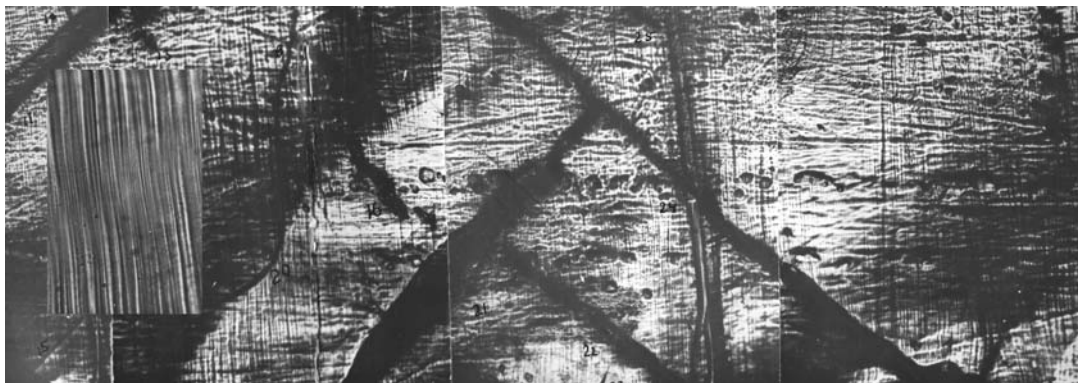


Рис. 10 Боковая поверхность монокристалла иридия (ось растяжения [110], плоскость (001)) после распада на части (удлинение порядка 30%) (в «окошке» показаны следы деформации на поверхности  $\times 500$ ).

Распределение следов деформации на плоскости куба при растяжении вдоль «жесткого» направления [001] показано на рис. 11. Следы пересекали образец от края до края под углом в  $45^\circ$ . Их ширина ( $\sim 0,001$  мм) и расстояние между соседними линиями ( $\sim 0,001$  мм) были такими же, как и в кристаллах «мягкой» ориентировки. Однако характер распределения следов по поверхности существенным образом отличался: они группируются в полосы шириной  $(0,043 \pm 0,022)$  мм, расположенные по всей рабочей поверхности образца. О формировании полос, состоящих из следов деформации, можно говорить, начиная с удлинения порядка 5%. Причем тонкая структура полос (см. вставку на рис. 11) практически не зависит от степени деформации (наблюдения проводили на кристаллах, распавшихся на части при  $10\div 15\%$  удлинения). Ни следов деформации других форм и геометрии, ни признаков двойниковых ламелей обнаружено не было. Нет около магистральной трещины и каких-либо признаков формирования шейки.

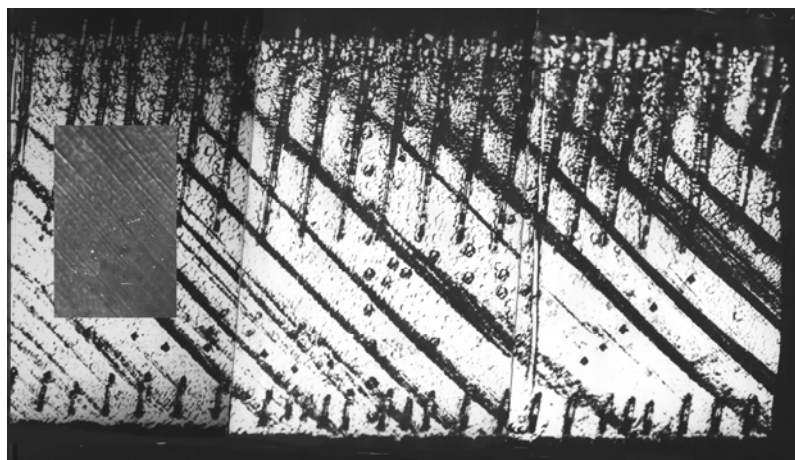


Рис. 11 Боковая поверхность монокристалла иридия (ось растяжения [100], плоскость (001)) после распада на части (удлинение порядка 15%). В «окошке» показана микроструктура следов деформации на поверхности ( $\times 500$ ).

На рис. 12 приведена схема распределения следов в монокристаллах иридия, которая совпадает с кристаллогеометрией октаэдрического скольжения в кубической гранецентрированной решетке [3,26,28]. Видно, что наблюдаемые на рабочих поверхностях образцов следы деформации являются проекциями на плоскости  $\{100\}$  и  $\{110\}$  обычной для гцк металлов системы скольжения  $\{111\}\langle 110 \rangle$ . По внешнему виду и размерам, они соответствуют описанию полос октаэдрического скольжения [1-3]. Так при растяжении вдоль «мягкого» направления  $\langle 110 \rangle$ , линии скольжения равномерно распределяются по рабочей поверхности, а, в случае растяжения вдоль «жесткого» направления  $\langle 100 \rangle$ , они начинают группироваться в полосы. Отсутствие на образцах данных серий следов деформации других ориентировок указывает на то, что в кристаллах работает только одна, наиболее выгодно ориентированная (первичная) система скольжения.



Рис. 12 Геометрия следов деформации на боковых поверхностях монокристаллов иридия при растяжении

На основании полученных результатов можно утверждать, что при комнатной температуре монокристаллы иридия деформируются исключительно за счет октаэдрического скольжения, а двойникование либо вообще не вносит вклада в механическое поведение, либо он исчезающее мал. Поэтому, нет никаких оснований рассматривать некие альтернативные механизмы деформации в качестве причины склонности монокристаллов иридия к разрушению сколом. Вместе с тем, октаэдрическое скольжение в монокристаллах иридия имеет ряд особенностей. Во-первых, это очень высокие значения пределов текучести и гигантская разница между пределами текучести при растяжении вдоль «мягкого» и «жесткого» направлений. Наиболее логичным будет связать этот эффект с низкой подвижностью дислокаций благодаря сильным межатомным связям. Во-вторых, в случае растяжения монокристаллов наблюдается почти линейный ход деформационных кривых. В-третьих, если исходить из анализа следов скольжения на боковых поверхностях, то вся пластическая деформация монокристалла иридия происходит в результате работы первичной системы скольжения. В-четвертых, если принять во внимание высокую однородность распределения деформации по длине образца и отсутствие на нем деформационного рельефа, то складывается впечатление, что при комнатной температуре пластическая деформация монокристаллов иридия происходит преимущественно за счет легкого скольжения.

Для уточнения и проверки последнего заключения было проведено электронно-микроскопическое (на просвет) исследование дислокационной структуры монокристаллов иридия. Непосредственно у краев иридиевых фольг располагались дислокации, по форме напоминающие либо точки, либо мелкие изогнутые линии (рис. 13). По мере отдаления от края, дислокации «распрямлялись» (а их видимая длина увеличивалась) и начинали появляться дислокационные диполи и скопления дислокаций в форме клубков. Похожую картину с длинными прямолинейными сегментами дислокаций описывал Брукс с соавторами [8,13]. Начиная с расстояния 1 мкм от края, в фольгах кроме одиночных дислокаций, диполей и

клубков можно было видеть дислокационные сетки, состоящие из прямолинейных сегментов с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$  (рис. 14). Плотность сеток увеличивалась по мере продвижения вглубь материала и на расстояниях порядка  $3\div 5$  мкм фольга оказывалась непрозрачной для электронов (см. рис. 15).

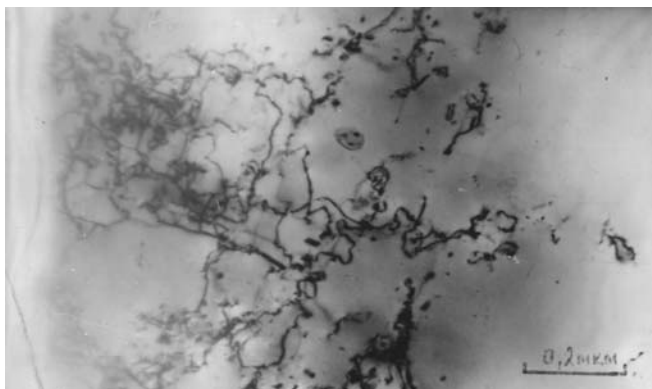


Рис. 13 Дислокационная структура монокристалла иридия вблизи края фольги (плоскость  $\{100\}$ ).

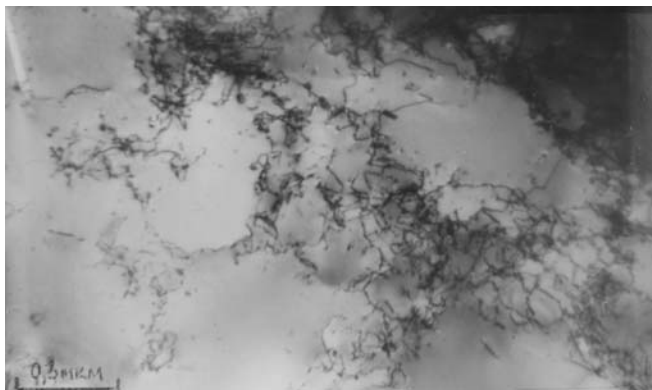


Рис. 14 Дислокационная сетка в монокристалле иридия (плоскость фольги  $\{100\}$ ).



Рис. 15 Край области с высокоплотной дислокационной сеткой (плоскость  $\{100\}$ ).

Высокоплотные сетки оказались самой «высокоорганизованной» дислокационной структурой в монокристаллах иридия при комнатной температуре [15,16], поскольку ни образования малоугловых границ, ни других признаков формирования ячеистой структуры обнаружено не было. Следовательно, при таких условиях в монокристаллическом иридии должны отсутствовать стоки для дислокаций (или места, где они могут аннигилировать) в процессе пластической деформации [18]. И, значит, плотность дислокаций, в принципе, может увеличиваться практически до бесконечности, поскольку способность гцк металлов (иридия в том числе) генерировать дислокации, вроде бы, ни чем не ограничена [17]. Ни прослойки дефектов упаковки, ни двойниковых ламелей деформационного происхождения в монокристаллических фольгах иридия обнаружено не было. Поэто-

му можно утверждать, что при комнатной температуре монокристаллы иридия деформируются только за счет скольжения полных дислокаций с векторами Бюргера  $\langle 110 \rangle$ , которые, как известно, «движутся» в ГЦК решетке по плоскостям октаэдра  $\{111\}$  [17,18]. Все остальные механизмы пластической деформации вклада в механическое поведение монокристаллов иридия не вносят. В отличие от других ГЦК металлов, в монокристаллах иридия, по крайней мере, при комнатных температурах развитие дислокационной структуры ограничено формированием сеток, плотность которых может достигать чрезвычайно высоких значений. Другим отличием является низкая подвижность дислокаций, которая может быть причиной стабильности сеток, поскольку каких-либо барьеров движению дислокаций там не обнаружено. С ростом же температуры, когда подвижность дислокаций должна возрасти, сетки начинают «рассасываться» [29]. То, что сетки состоят из прямолинейных сегментов, расположенных под углами близкими к  $90^\circ$  подтверждает предположение, о том, что все пластическая деформация монокристалла иридия при комнатной температуре осуществляется на стадии легкого скольжения. Именно благодаря этому, при растяжении в иридии наблюдается гигантская ориентационная анизотропия предела текучести (но не при сжатии, когда работают сразу несколько плоскостей скольжения), а на боковой поверхности, несмотря на значительное удлинение, нет ни только деформационного рельефа, но и видимых признаков перехода от легкого скольжения к последующим стадиям пластической деформации [26].

### ГЛАВА 3. ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ И РАЗРУШЕНИЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ИРИДИЯ

Здесь рассматривается пластическое течение и разрушение проволок из иридия и его сплава Ir–3%Re–2%Ru в интервале температур  $20^\circ\text{C}$ – $1550^\circ\text{C}$ , и проводится аттестация собственной моды разрушения поликристаллического иридия при комнатной температуре. Температурные испытания на растяжения проводили со скоростью перемещения траверсов 1 мм/мин. Нагрев образцов осуществляли радиационным способом при помощи вольфрамового нагревателя в вакууме  $10^{-5}$  торр.

На рис. 16 приведены температурные зависимости удлинения до распада на части иридиевой проволоки диаметрами 1,5 мм и 0,3 мм и проволоки из сплава Ir–3%Re–2%Ru диаметром 0,3 мм. При комнатных температурах ( $20^\circ\text{C}$ – $50^\circ\text{C}$ ) удлинение тонких иридиевых проволок было в районе  $10\div 12\%$ ; а у сплава – только  $5\div 6\%$ , что естественно для ГЦК матрицы с упрочняющими добавками из ГПУ металлов. Несмотря на малое удлинение, на боковой поверхности иридиевых проволок хорошо видна область локализованного накопления деформации, то есть шейка. При этом если судить по морфологии изломов, модой разрушения иридиевых проволок является *хрупкое внутризеренное разрушение* (см. рис. 17). С ростом температуры испытания относительное сужение в шейке увеличивается как в чистом иридии, так и в сплаве, достигая при  $500^\circ\text{C}$   $\psi = 50\%$  для чистого иридия и  $\psi = 30\%$  для сплава. При этом общее удлинение образцов до распада на части уменьшается в обоих материалах. Для иридиевой проволоки этот параметр достигает минимума в 4% при  $\psi = 60\%$  на  $800^\circ\text{C}$ , после чего он начинает расти. В сплаве наименьшее удлинение  $\sim 2\%$  достигается при  $400^\circ\text{C}$  и практически не меняется до температур порядка  $900^\circ\text{C}$ . Сужение образцов также остается неизменным ( $\sim 30\%$ ) в этом интервале температур.

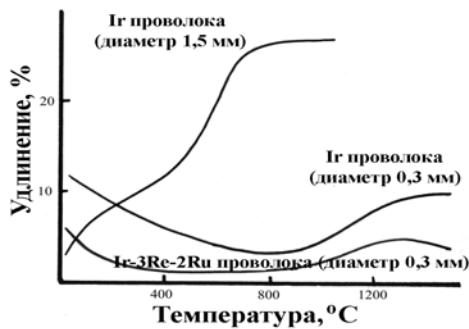


Рис. 16 Температурная зависимость удлинения до распада на части иридиевых проволок.

Начиная с температур порядка  $1000^{\circ}\text{C}$ , и удлинение, и сужение в обоих материалах начинает расти: для иридия это 5% и 100% (утонение в точку), а для сплава — 3% и 50%. Несмотря на рост удлинения до распада на части и сужения, мода разрушения сплава остается прежней — *хрупкое внутризеренное разрушение*. Но, что очень важно, в чистом иридии аттестовать тип разрушения по морфологии излома оказалось невозможно из-за отсутствия собственно поверхности разрушения (см. рис. 17 — утонение в точку), хотя, судя по форме образца вблизи излома, оно должно быть на 100% вязким. В то же время у проволок, испытанных при  $900^{\circ}\text{C}$ , модой разрушения продолжает оставаться *хрупкое внутризеренное разрушение* несмотря на сужение  $\psi = 85\%$ . Это позволяет сделать вывод о том, что, во-первых, для проволок тугоплавкого ГЦК металла иридия хрупкое внутризеренное разрушение является такой же собственной модой разрушения материала, как вязкий чашечный излом для ГЦК металлов с температурами плавления до  $2000^{\circ}\text{C}$ ; и, во-вторых, хрупкое внутризеренное разрушение не означает, что тугоплавкий ГЦК металл неспособен к пластической деформации. Дальнейшее повышение температуры испытания иридиевых проволок приводит к появлению еще одного неперемного атрибута разрушения ГЦК металла — эффекта плавающей шейки [1-3,26]. Понятно, что если основная деформация иридиевой проволоки происходит в области шейки, то при появлении нескольких шеек общее удлинение до распада образца на части должно увеличиться. Именно это и наблюдается в экспериментах, когда удлинение достигает значений, характерных для комнатных температур, но там распределение деформации по поверхности происходит очень однородно, тогда как здесь она локализована на нескольких участках.

Механическое же поведение собственно поликристаллического иридия, то есть материала с зеренной структурой, при повышенных температурах изучалось на проволоках диаметром 1,5 мм. В этом случае имеет место совпадение полученных результатов с данными Брукса с соавторами [10,13]. Малое удлинение ( $3\% \div 5\%$ ) при низких температурах и его рост при увеличении температуры испытания. При температурах  $400^{\circ}\text{C} \div 500^{\circ}\text{C}$  на поверхности образцов начинает формироваться шейка, однако, в отличие от предыдущего случая, деформация до разрушения не падает, а, наоборот, начинает расти более интенсивно. Максимального удлинения в 25% и сужения  $\psi = 30\%$  поликристаллическая иридиевая проволока достигала при  $700^{\circ}\text{C} \div 800^{\circ}\text{C}$ , а далее на кривой наблюдается плоское плато вплоть до температуры  $1000^{\circ}\text{C}$ , когда испытания были прекращены. Мода разрушения материала во всем интервале температур была аттестована как смешанное хрупкое внутри- и межзеренное разрушение.

Можно утверждать, что хотя механическое поведение поликристаллического иридия при растяжении во многом подобно ГЦК металлам с температурами плавления ниже  $2000^{\circ}\text{C}$ , оно обладает рядом существенных отличий. Первое, и главное, это мода разрушения. Причем хрупкое внутризеренное разрушение или

же смешанное хрупкое внутри и межзеренное разрушение не означает, что образцы разрушаются без предварительной пластической деформации! Второе, для него характерна очень малая величина удлинения до распада на части. И это не значит, что пластичность материала должна быть низкой. Так, если ГЦК металлы с температурами плавления ниже  $2000^{\circ}\text{C}$  при комнатной температуре демонстрируют удлинение порядка 25%, а при температурах, близких к точке рекристаллизации, оно вполне может составлять 50÷100%. В иридии же этот параметр намного ниже, но тенденция роста удлинения в 2÷4 раза при повышенных температурах прослеживается достаточно четко. Третье, существование некой особенности пластического течения в районе  $500^{\circ}\text{C}$ , когда на образцах становится заметно формирование шейки. В работах Брукса [10,13] эту точку называют переходом от хрупкого к вязкому разрушению. Ничего подобного в ГЦК металлах с температурами плавления ниже  $2000^{\circ}\text{C}$  обнаружено не было, в иридии же это может быть связано с повышением подвижности дислокаций, которое становится заметным при  $400^{\circ}\text{C}$  [29]. Четвертое отличие состоит в том, что в поликристаллическом иридии происходит остановка роста удлинения до распада на части при температурах, близких к точке рекристаллизации. Это известный эффект, когда при повышенных температурах общее удлинение пластических металлических монокристаллов снижается благодаря локализованному накоплению деформации в области шейки [2,3].

Микротвердость неотожженной иридиевой проволоки была порядка 6000 МПа, что соответствует микротвердости монокристаллов после прокатки при комнатной температуре с обжатием 70%. Для сравнения, микротвердость монокристаллов при растяжении была 4500÷5000 МПа. То есть, плотность дислокаций в материале должна быть не ниже, чем в тонкой фольге из деформированного монокристалла, где она составляет величину порядка  $10^{10}$ - $10^{12}$  см<sup>-2</sup>. А поскольку в исходном состоянии заготовка была монокристаллической, то накопление дислокаций в проволоке при температурах ниже точки рекристаллизации происходит путем формирования высокоплотных сеток дислокаций. Очевидно, что при столь высокой плотности дислокаций, ГЦК металл не может деформироваться ни за счет скольжения по первичной системе, ни по вторичным системам скольжения. Весь его ресурс пластичности должен быть исчерпан в процессе приготовления проволоки. Поэтому единственным путем эволюции дислокационной структуры в таком сильнодеформированном материале будет переход от высокоплотной сетки к ячеистой структуре. И, именно этот процесс и проходит в ГЦК металлах в месте образования шейки [3,14,16].

В тонких иридиевых проволоках шейка формируется уже при комнатной температуре, а присутствие в иридиевой матрице упрочняющих элементов, снижает подвижность дислокаций, но не приводит к качественным изменениям в механическом поведении. Повышение температуры, а значит и подвижности дислокаций, ведет к росту сужения в области шейки, но к понижению общего удлинения образца до распада на части. Это означает, что образец деформируется преимущественно в области шейки, и, судя по моде разрушения, материал там находится в сильно упрочненном состоянии. Когда же подвижность дислокаций оказывается достаточной для начала процесса рекристаллизации или близкой к этому уровню (для иридия это  $900^{\circ}\text{C}$ , для сплава –  $1000^{\circ}\text{C}$ ), возникает эффект «плавающей» шейки и начинает увеличиваться удлинение до распада на части. Иными словами, неотожженная иридиевая проволока, приготовленная из монокристаллической заготовки, ведет себя подобно ГЦК металлу в области шейки.

Таким образом, удастся объяснить практически все особенности механического поведения поликристаллического иридия, за исключением смешанной моды разрушения, а точнее доли хрупкого межзеренного разрушения на поверхности



изломов. Действительно, две собственные моды разрушения (одна хрупкое внутризеренное разрушение, а другая смешанная хрупкая внутри- и межзеренное разрушение) слишком много даже для такого «загадочного» металла как иридий [30]. С целью разрешения этого противоречия, была проведена аттестация собственной моды разрушения иридия в поликристаллическом состоянии. Определена мода разрушения поликристаллических образцов, в которых гарантированно отсутствовали опасные примеси, после чего она сравнивается с разрушением загрязненного металла. Иридиевый прокат пирометаллургической очистки, приготовленный из монокристаллической заготовки, отвечает предъявленным требованиям и является свободным от опасных неметаллических примесей, таких как углерод и кислород, [20], а потому его мода разрушения может рассматриваться как собственная мода разрушения поликристаллического иридия. Рекристаллизация такого металла, проведенная в «чистой» среде, не должна приводить к смене моды разрушения, поскольку и новые межзеренные границы будут чистыми от примесей. И, наоборот, если выполнять рекристаллизационные отжиги в атмосфере, загрязненной опасными примесями, то смена моды разрушения должна произойти.

Первое, что было проверено, это будут ли границы зерен, возникшие в монокристалле иридия, местами наиболее вероятного появления трещин. Для чего из промышленного «монокристаллического» слитка, состоящего из нескольких крупных зерен, вырезали бикристаллические образцы размером 30x2x2 мм в средней части которых располагалась межзеренная граница, ориентированная к оси растяжения под углами от  $60^\circ \div 90^\circ$ . Такие образцы деформировали до распада на части при комнатной температуре в режиме либо растяжения, либо изгиба (а часть из них удалось сначала растянуть до разрыва, а потом еще и разрушить при изгибе), после чего провели аттестацию их поверхностей изломов.

На рис. 18 приведены поверхности изломов образца, вырезанного из монокристаллического слитка и представляющего собой бикристалл. Анализ приведенных микрофотографий показывает, что собственной модой разрушения бикристаллических образцов, вне зависимости от геометрии нагружения, является *хрупкое внутризеренное разрушение*.

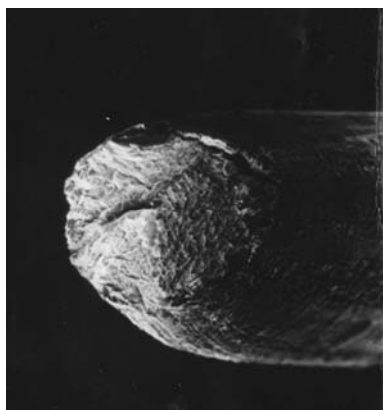
Этот вывод можно распространить и на поликристаллические образцы из иридия и его сплава Ir–3%Re–2%Ru, приготовленные из монокристаллических слитков. Действительно, такие образцы разрушаются только по телу зерна (а незначительная доля зернограницного разрушения на изломах, по всей видимости, связана с совпадением плоскости развития опасной трещины с межзеренной границей) (рис. 19а и 20а).

Отжиг таких образцов, запаянных в откачанные до  $10^{-5}$  торр кварцевые ампулы, при температуре  $1200^\circ\text{C}$  показал, что рекристаллизация материала в свободной от опасных примесей атмосфере не приводит к смене моды разрушения (рис. 19б). Как и в исходном состоянии, модой разрушения рекристаллизованных образцов было *хрупкое внутризеренное* разрушение с элементами межзеренного растрескивания, интенсивность которого зависело от геометрии нагружения. Если же образцы отжигали в вакууме  $10^{-2}$  торр при  $1200^\circ\text{C}$ , то после рекристаллизации на изломах появлялись участки хрупкого межзеренного разрушения. Их доля на изломе зависела от размера зерна и могла достигать 70% при зерне 0,1 мм (см. рис. 20б). Повторение такого эксперимента на иридии, границы зерен которого загрязнены разными примесями<sup>1</sup>, показало, что единственной модой разрушения

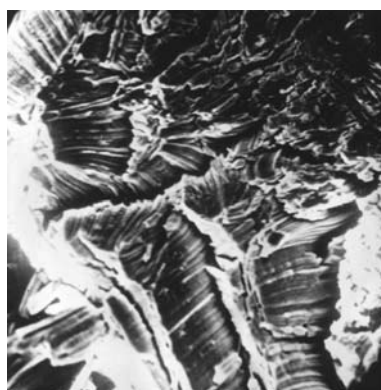
---

<sup>1</sup> В качестве примера такого материала мы выбрали гальванопластический иридий, который по микротвердости сравним с недеформированным монокристаллом, но не поддается механической обработке из-за повышенной хрупкости.

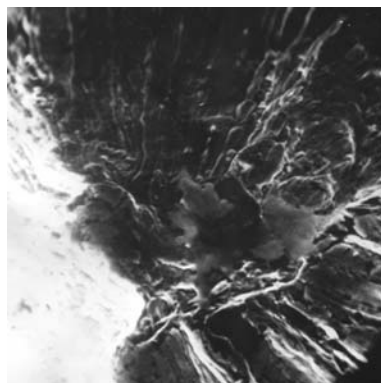
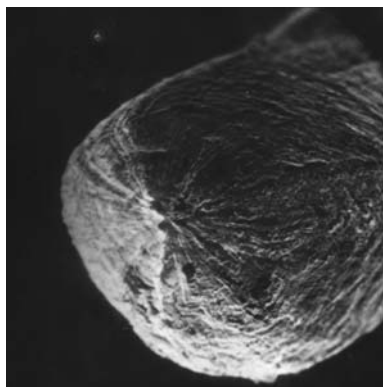
этого металла будет *хрупкое межзеренное разрушение*, причем независимо от того находился ли образец в состоянии поставки, или же был рекристаллизован (см. рис. 21).



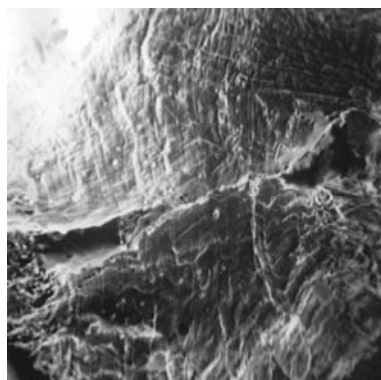
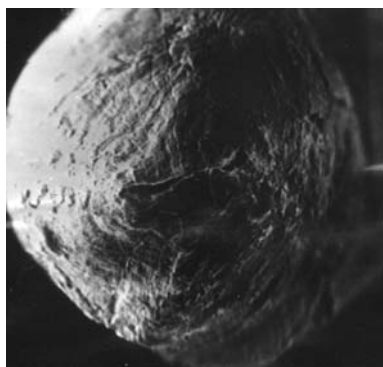
$t_{\text{исп}} = 20^{\circ}\text{C}$



$t_{\text{исп}} = 500^{\circ}\text{C}$



$t_{\text{исп}} = 1000^{\circ}\text{C}$



$t_{\text{исп}} = 1500^{\circ}\text{C}$

Рис. 17 Поверхности изломов иридиевой проволоки диаметром 0,3 мм.

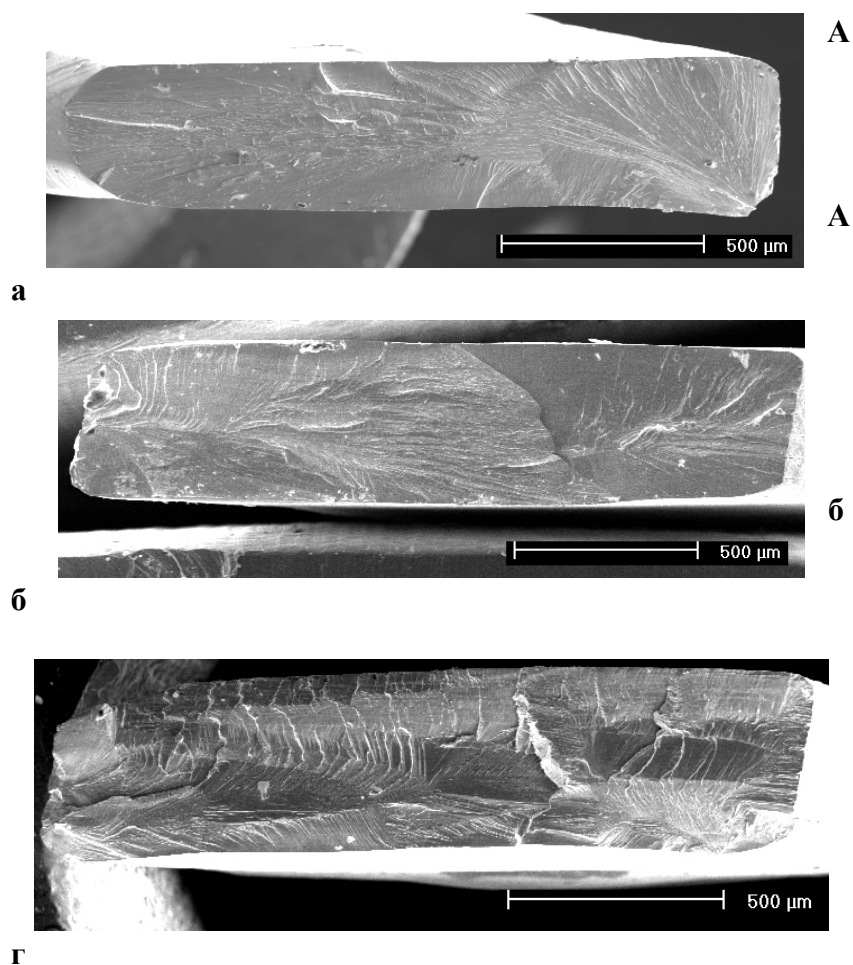


Рис. 18 Поверхности изломов бикристалла иридия.: **а** – разрушение внутри одного зерна (растяжение); **б** – разрушение в области границы зерна (растяжение); **с** – разрушение в области границы зерна (изгиб).

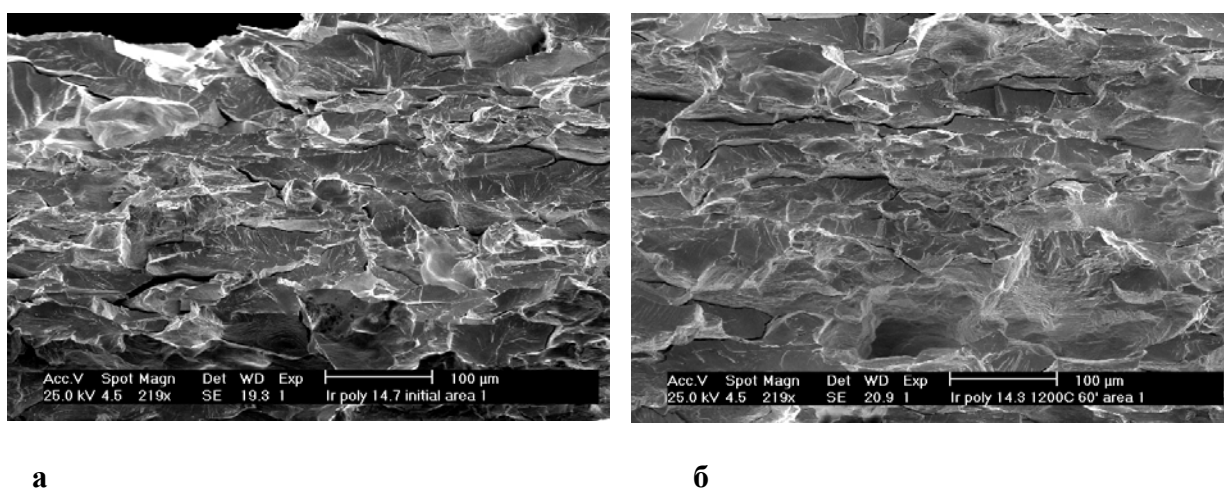
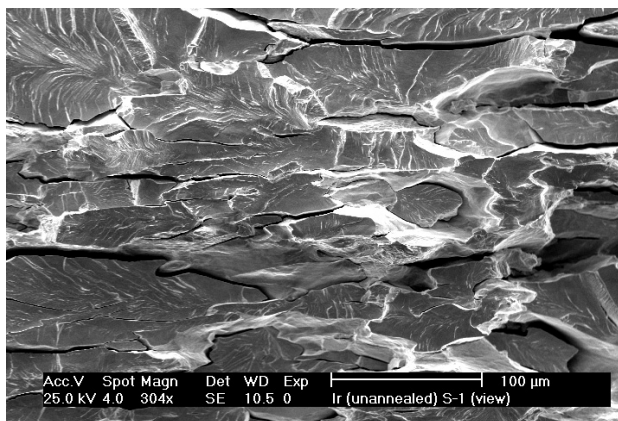
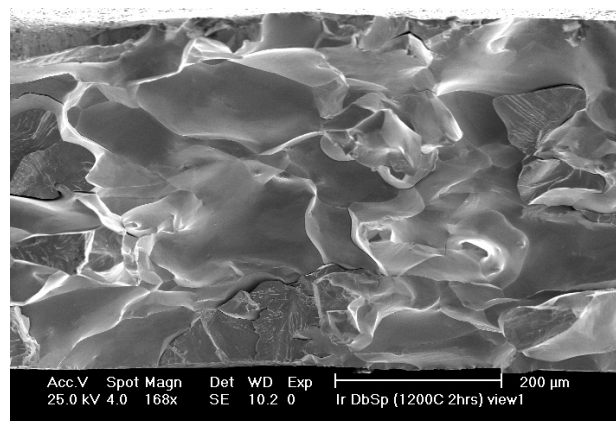


Рис. 19 Поверхности изломов поликристаллического иридия, приготовленного из монокристаллической заготовки после испытаний на растяжение: **а** – материал в исходном состоянии, **б** – 60 минут при 1200°C в вакууме( $10^{-5}$  торр).

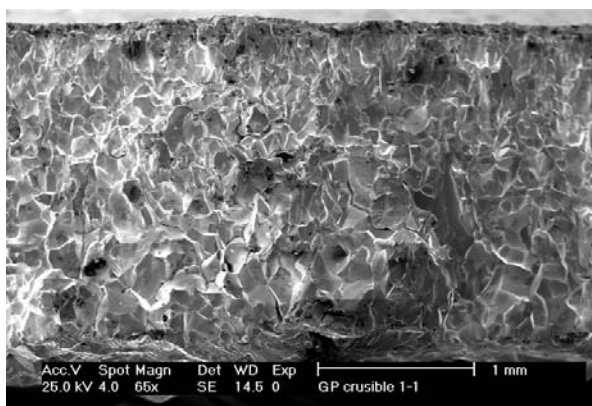


а

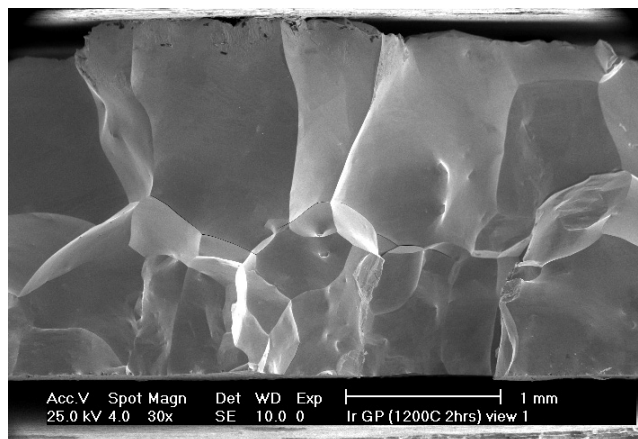


б

Рис. 20 Поверхности изломов поликристаллического иридия, приготовленного из монокристаллической заготовки: а – материал после прокатки (состояние поставки), б – материал после 2 часов отжига при 1200°C в вакууме  $10^{-2}$  торр.



а



б

Рис. 21 Поверхности изломов гальванопластического иридия: а – материал в исходном состоянии, б – материал после 2 часов отжига при 1200°C в вакууме  $10^{-2}$  торр.

Поэтому можно утверждать, что собственной модой разрушения и моно-, и поликристаллического иридия является *хрупкое внутризеренное разрушение*. Появление на изломе поликристаллического образца хрупкого межзеренного разрушения следует связывать с охрупчивающим действием неметаллических примесей, типа углерода или кислорода, тогда как присутствие в иридиевой матрице упрочняющих металлических добавок не приводит к смене моды разрушения.

#### ГЛАВА 4. РАЗВИТИЕ ТРЕЩИН В ТОНКИХ ФОЛЬГАХ ДЛЯ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА (ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР)

Наблюдение трещин в тонких фольгах на просвечивающем электронном микроскопе представляется одним из наиболее значимых экспериментов в физике прочности и пластичности, поскольку это позволяет «напрямую» привлекать современные атомистические представления и теорию дислокаций к описанию поведения реальных объектов, возникающих в твердых телах при нагружении. Од-

нако наше внимание будет сосредоточено исключительно на сопоставлении эволюции трещин, включая процессы испускания дислокаций и формирования двойников, в тонких фольгах ГЦК металлов с температурами плавления ниже 2000°С и тугоплавкого иридия с целью найти различия между ними и понять, с чем они связаны. В главе 4 представлены основные результаты из наиболее часто цитируемых работ по просвечивающей электронной микроскопии трещин в тонких металлических фольгах. А поскольку, чистые металлы являются пластичными материалами (то есть разрушаются вязко), и проблема их хрупкости находится в стадии «интенсивного» обсуждения; в качестве эталона хрупких трещин при описании вязко-хрупкого перехода в тонких фольгах было выбрано развитие микротрещин в тонких фольгах монокристаллического кремния.

## **ГЛАВА 5. РАЗВИТИЕ ТРЕЩИН В ТОНКИХ ФОЛЬГАХ ИРИДИЯ И АЛЮМИНИЯ**

Здесь на примере иридия и алюминия, рассматривается развитие трещин в тонких монокристаллических фольгах ГЦК металлов, начиная с микротрещин атомных размеров и кончая опасными трещинами зигзагообразной формы. Описано движение испущенных дислокаций от верхней части микротрещины вглубь фольги и формирование, в процессе такого перемещения, двойниковых ламелей, а также переход от клиновидной микротрещины к опасной трещине, рост которой приводит к распаду фольги на части.

Из-за малости размеров микротрещин и невозможности угадать, какая из них начнет расти при приложении нагрузки, проследить за ростом одной выделенной микротрещины было невозможно. Поэтому информацию об эволюции микротрещин пришлось получать исходя из анализа большого количества микротрещин разной длины. На рис. 22 показана мельчайшая микротрещина в иридиевой фольге. Согласно проведенной оценке, ее длина не превышает 0,01 мкм, а это порядка нескольких десятков межатомных расстояний. То есть такую микротрещину можно рассматривать как трещину атомного масштаба. Видно, что от ее конца отходит расширяющаяся вверх полоска длиной порядка 1 мкм, на которой заметен характерный для прослоек дефекта упаковки и микродвойников полосчатый контраст. При подрастании микротрещины до 0,05 мкм увеличивается и мощность прослойки дефекта упаковки: темные полосы просматриваются более четко на светлом фоне (см. рис. 23), а на электронограмме появляются «раздвоенные» рефлексy, при этом длина полоски продолжает оставаться порядка 1 мкм. Описанное выше дает основание утверждать, что наблюдаемые перед микротрещинами полоски являются двойниковыми ламелями.

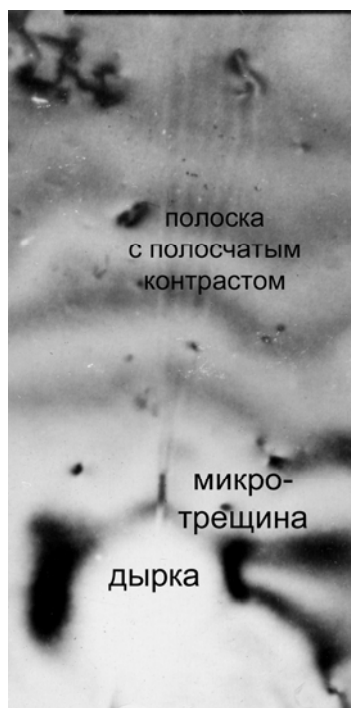


Рис. 22 Микротрещина атомного масштаба в иридиевой фольге (длина  $\sim 0,01$  мкм или несколько десятков межатомных расстояний). От ее вершины отходит расширяющаяся кверху полоска длиной около 1 мкм, на которой различим слабый полосчатый (двойниковый) контраст.



Рис. 23 Микротрещина длиной  $\sim 0,05$  мкм, от вершины которой отходит ламель с полосчатым контрастом длиной около 1 мкм.

На рис. 24 показана микротрещина длиной порядка 0,05 мкм, около которой находится темная полоска с дислокациями внутри. И хотя полосчатый контраст там не столь четок, как на предыдущем снимке, при наблюдении в темном поле (в двойниковых рефlekсах) она начинает светиться, а это значит, что ламель является микродвойником, длина которого опять-таки лежит в пределах 1 мкм. Дислокации располагаются строго внутри ламели, причем по преимуществу вблизи

зи того конца двойника, где материал более толстый, а уровень механических напряжений должен быть более низким, чем у вершины. Несколько дислокаций располагаются непосредственно на самом краю, но из микрофотографии непонятно «заблокированы» ли они в микродвойнике или же они могут «выйти» из ламели, поскольку других дислокаций, которые могли быть испущены микротрещиной и вышли из ламели, обнаружено не было. Описанные выше микротрещины имеют клиновидную форму, острые вершины и, в отличие от трещин в кремнии, большой угол раскрытия ( $\sim 10^\circ \div 15^\circ$ ), хотя трещина в ГЦК металле, «формально» удовлетворяющем эмпирическим критериям хрупкого разрушения, и не должна иметь столь значительного угла раскрытия [31].

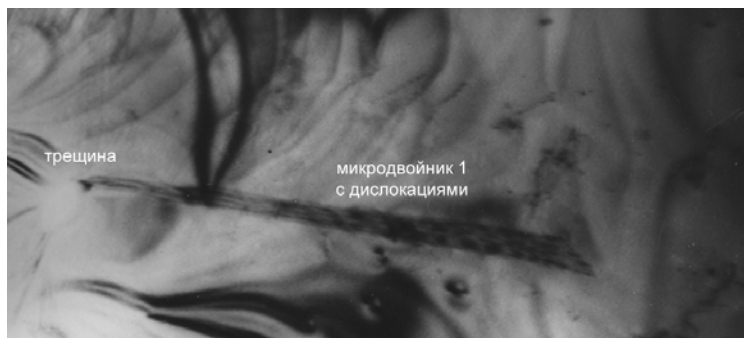


Рис. 24 Микротрещина длиной  $\sim 0,05$  мкм, от вершины которой отходит микродвойник длиной около 1 мкм (плоскость фольги (001)).

В зависимости от расположения микротрещины в фольге, от ее краев могло отходить две двойниковые ламели, угол между которыми составлял  $65^\circ \div 70^\circ$  (см. рис. 25). Однако это обстоятельство практически не отражается ни на геометрии трещины, ни на длине двойников (она продолжала оставаться порядка 1 мкм), ни на характере расположения дислокаций в ламелях. На основании полученных данных можно сделать вывод о том, что уже на начальных этапах, развитие микротрещин в монокристаллических фольгах иридия ассоциируется с формированием около них микродвойников, внутри которых располагаются дислокации. Представляется, что источником двойников является сама трещина, которая генерирует полные дислокации (в ряде случаев удалось определить их вектор Бюргерса – это  $\langle 110 \rangle$ ). Сгенерированные в трещине (в верхней ее части или в вершине) дислокации движутся внутри двойниковых ламелей под действием как расклинивающих трещину напряжений, так и под действием сил поверхностного натяжения у края фольги, вглубь фольги. Было обнаружено, что чем больше дислокаций прошло по полоске, тем более интенсивным становится полосчатый (двойниковый) контраст.

Как было показано в главе 2, монокристаллические иридиевые фольги содержат высокоплотные дислокационные сетки, граница которых начинается на расстояниях  $1,5 \div 3,0$  мкм от края. Поэтому в большинстве случаев, испущенные из микротрещин дислокации наталкивались на препятствия, преодолеть которые они не могли. Это позволило наблюдать массивы испущенных дислокаций около микротрещин и провести их количественное описание. На рис. 26 показана микротрещина длиной 0,3 мкм из которой произошло испускание массива полных дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$ . Он состоял приблизительно из 20 дислокаций, расстояние между которыми было порядка  $0,01 \div 0,02$  мкм, а длина скопления была ограничена расстоянием от вершины трещины до края высокоплотной сетки и составляла примерно  $\sim 2,0$  мкм. Судя по микрофотографии, испускание дислокаций происходит из вершины микротрещины, однако это не ведет к ее заметному затуплению и увеличению угла раскрытия, который здесь все так же порядка  $10^\circ$ .



Рис. 25 Микротрещина в иридиевой фольге (плоскость рабочей поверхности – (110)) от которой отходят две двойниковых ламели. Угол между ламелями  $65^{\circ} \div 70^{\circ}$ .



Рис. 26 Дислокации, испущенные из микротрещины, (плоскость рабочей поверхности фольги – (100)) тормозятся, столкнувшись с существовавшей в материале дислокационной сеткой.

В некоторых случаях (см. рис. 27) массив испущенных дислокаций представлял собой перекрученный пучок или жгут дислокаций. Оценки показали, что там может находиться до 100 дислокаций. Несмотря на повышение числа испущенных дислокаций в 3-5 раз по сравнению с предыдущими случаями, затупления вершины микротрещины не происходило. Длина микротрещин со жгутами из испущенных дислокаций не превышала  $0,2 \div 0,3$  мкм.

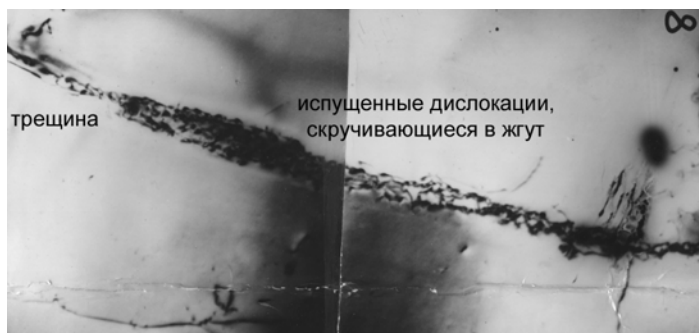


Рис. 27 Дислокации, испущенные из микротрещины, (плоскость рабочей поверхности фольги – (100)) сталкиваются с высокоплотной дислокационной сеткой и начинают скручиваться в жгут.

Очень редко встречались участки фольг, где граница высокоплотных сеток была отодвинута от края более чем на 5 мкм, и если здесь возникали микротрещины, то сгенерированные дислокации беспрепятственно уплывать «вглубь» фольги (рис. 28).



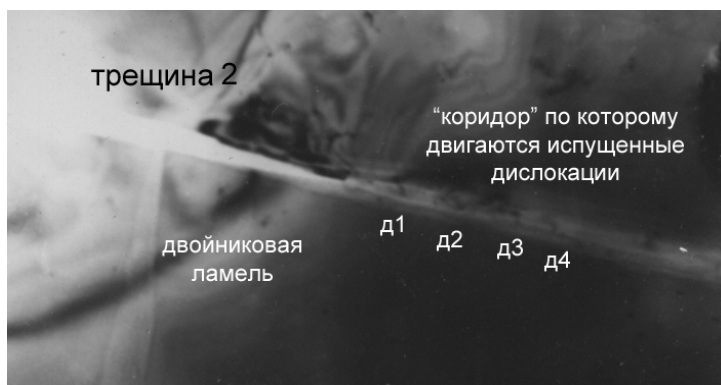


Рис. 28 Случай, когда около края фольги\* отсутствуют высокоплотные дислокационные сетки и испущенные из микротрещин дислокации имеют возможность свободно уходить вглубь фольги.\* - фольга растягивалась в колонне микроскопа.

На основании полученных данных, можно сделать заключение о том, что микротрещина, длиной порядка  $0,01 \div 0,03$  мкм, способна испустить не менее двух–трех десятков полных дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$ . Генерация дислокаций происходит не непосредственно в вершине, как в некой точке, расположенной в геометрической вершине воображаемого клина, но в верхней части микротрещины, примыкающей к вершине. В результате чего, край микротрещины может приобретать сложный профиль, однако генерация дислокаций никак не влияет ни на угол при вершине, который всегда был в пределах  $5^\circ \div 10^\circ$ , ни на видимую «остроту» микротрещины. Испущенные из микротрещины дислокации располагаются строго внутри узких конусообразных полосок, которых было, как правило, две, длиной порядка 1 мкм. Иногда при вращении фольги в колонне микроскопа на одной полосе из двух возникал характерный для микродвойников полосчатый контраст, тогда как на электронограммах, снятых с этих мест, всегда наблюдались четкие двойниковые рефлексы. То есть, в противоположность микротрещинам длиной менее 1 мкм, интенсивность полосчатого (двойникового) контраста на полосках у длинных микротрещин падает практически до нуля. Движение испущенных дислокаций вглубь материала тормозилось на высокоплотных дислокационных сетках, граница которых находилась в  $2 \div 3$  мкм от краев фольги. Если же, по какой-то причине сетки отсутствовали или же их граница была сдвинута вглубь фольги, массивов испущенных дислокаций перед микротрещинами не наблюдалось. Остановка первых испущенных дислокаций у сетки не означает прекращения генерации новых дислокаций микротрещиной, просто меняется морфология скоплений – массивы начинают скручиваться в высокоплотные жгуты.

Для наблюдения более длинных микротрещин и трещин, рост которых приводит к распаду фольги на части, приложение к образцу растягивающей нагрузки непосредственно в колонне микроскопа является необходимым условием. На рис. 29 приведена микротрещина длиной около 1 мкм, от обоих концов которой отходят двойниковые ламели с дислокациями внутри, как в направлении роста трещины, так и в перпендикулярном ему. И видно, что слева около верхнего края трещины располагается двойниковая ламель, по которой трещина уже прошла. Но самое интересное – это смена направления распространения трещины на перпендикулярное первоначальному направлению роста, то есть трещина начинает расти вдоль направления приложения растягивающей нагрузки. При этом испускание двойников и дислокаций из вершины трещины в перпендикулярных направлениях повторяется снова (см. рис. 29). И размеры ламелей, их форма и внешний вид, количество дислокаций и прочее – все совпадает с описанным выше для микротрещин длиной менее 0,3 мкм. Одновременно происходит драматическое изменение геометрии вершины трещины, которая становится квадратной.

Можно даже сказать, что трещина затупилась – у нее просто не стало вершины в геометрическом смысле слова.



Рис. 29 Трещина зигзагообразной формы, возникшая при растяжении иридиевой фольги в колонне просвечивающего электронного микроскопа.

При растяжении иридиевой фольги в колонне микроскопа, опасная трещина возникала вблизи мощных концентраторов напряжения, типа надрезов размером не менее 0,05 мм, которые располагались на толстых непрозрачных для электронов участках. Последнее означает, что высокоплотная дислокационная сетка в иридиевой фольге не является, в отличие от объемного (трехмерного) кристалла, стабильной конфигурацией. В узкой утоняющейся полоске фольги возникает большое число трещин, по виду напоминающих «зубы дракона» (см. рис. 30). При дальнейшем приложении нагрузки, они увеличиваются в размерах и начинают сливаться друг с другом, в результате чего, опасная трещина приобретает характерный ломаный профиль. Кристаллогеометрическая аттестация показала, что края опасной трещины в монокристаллической иридиевой фольге ориентированы преимущественно вдоль направления  $\langle 110 \rangle$  (это направление роста микротрещины в фольгах иридия). В процессе приложения растягивающей нагрузки наблюдалось интенсивное движение дислокаций из светлых (тонких) участков фольги около «зубов дракона» в темные (толстые) области, как это было описано в литературе [32-34]. Полученные результаты были сопоставлены с собственными данными по развитию трещин в тонких фольгах алюминия.



Рис. 30 Участок опасной трещины в фольге иридия, растянутой непосредственно в колонне микроскопа.

На основании полученных экспериментальных результатов и в полном соответствии с литературными данными, можно заключить, что модой разрушения тонких фольг тугоплавкого ГЦК металла иридия является *вязкое разрушение*, какое имеет место в алюминии, никеле, серебре или золоте. Следовательно, склонность к разрушению транскристаллитным сколом или к хрупкому внутризеренному разрушению является свойством исключительно массивных образцов иридия и то, при условии приложения к ним растягивающей нагрузки. И если с опасными зигзагообразными трещинами все понятно, и дополнительных комментариев не требуется, то относительно микротрещин возникает вопрос, а не был ли их рост на начальных стадиях

развития хотя бы «квази» хрупким? Сравнение микротрещин в иридии с микротрещинами в алюминии и никеле (данные Робертсона [34]), а также с трещинами в кремнии [35] и в хрупком интерметаллиде [36], позволяет ответить однозначно – нет! Разница между ними только в том, что длина микротрещин в иридиевой фольге, в среднем, в десять раз меньше, чем в алюминиевой фольге. Однако это можно объяснить, во-первых, высокой коррозионной стойкостью иридия, из-за чего "прозрачные" края фольг имеют большой угол сужения. И, во-вторых, тем, что иридий намного тяжелее алюминия. Именно благодаря большой атомной массе, а значит и значительной толщине фольги в иридии удастся наблюдать такие мелкие трещины, которые трудно обнаружить в алюминиевых фольгах. Иными словами, различия обусловлены "внешними" факторами и не связаны с механизмом разрушения.

## ГЛАВА 6. РАЗВИТИЕ ТРЕЩИН В МОНОКРИСТАЛЛАХ ГЦК МЕТАЛЛОВ

Появление трещин на полированных образцах, растягиваемых вдоль «жесткого» направления  $\langle 100 \rangle$  (плоскость рабочей поверхности образца  $\{100\}$ ) было зарегистрировано при удлинениях порядка 5 %: в среднем на образец приходилось около двух десятков трещин. К этому моменту материал был сильно упрочнен (микротвердость по Виккерсу возрастала с 2500 МПа до 4500 МПа), а поверхность образца была покрыта следами октаэдрического скольжения (СОС), пересекавшими ее от края до края под углом  $45^\circ$  к оси растяжения. Трещины появлялись преимущественно на выгнутых краях образцов и вблизи мощных концентраторов напряжений, то есть там, где уровень расклинивающих напряжений был наиболее высокий. Как правило, концентратор представлял собой крупную неровность типа выбоины или надреза (см. рис. 31а). Длина самых маленьких из наблюдаемых на поверхности трещин имела длину порядка 0,02 мм. Трещины обладали острыми вершинами, при этом их угол раскрытия менялся от  $1^\circ$  (рис. 31б) до  $10^\circ \div 15^\circ$  (рис. 31а). Следов деформации, отходящих от краев таких трещин, обнаружено не было.

Трещина, представленная на рис. 31в, представляет особый интерес для анализа, поскольку она состоит как бы из двух частей: нижней части длиной 0,03 мм и углом раскрытия  $10^\circ$ , и вершинной части, угол раскрытия которой в несколько раз меньше (при длине порядка 0,02 мм). Возможно, здесь имел место акт подрастания: края исходной трещины, под действием растягивающих напряжений, расходятся – угол раскрытия увеличивается с  $1^\circ$  до  $10^\circ$ , после чего, в ее вершине появляется новая трещина с малым углом раскрытия, характерным для трещин в хрупких кристаллах. То есть, рост трещины происходит как бы шагами: «дошел» материал в процессе предварительной деформации до хрупкого состояния – начался рост трещины; прошла трещина через «охрупченную» область и ее рост прекратился, а края стали расходиться, как у надрезов в нормальном ГЦК металле. Это довольно перспективный сценарий роста транскристаллитной трещины, поскольку в его рамках можно «увязать» высокую пластичность (за счет октаэдрического скольжения полных  $\langle 110 \rangle$  дислокаций) и склонность иридия к транскристаллитному сколу.

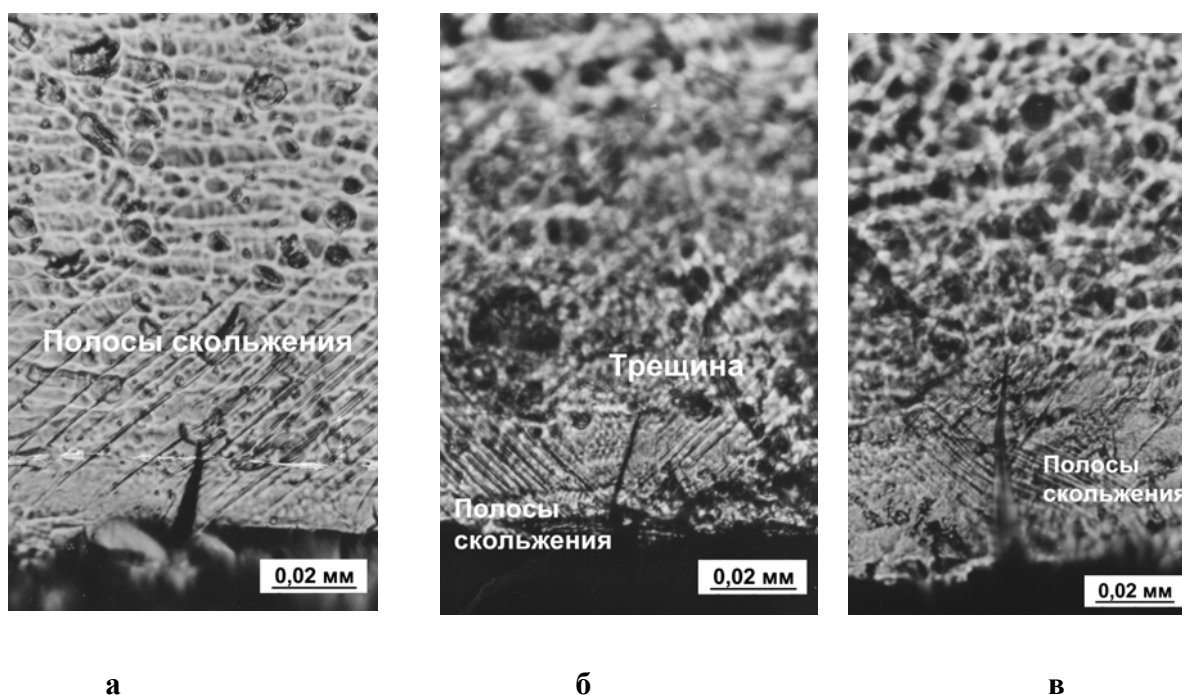


Рис. 31 Начальный этап развития транскристаллитных трещин (длина трещины порядка 0,02 мм) в монокристаллах иридия (плоскость рабочей поверхности  $\{100\}$ , направление растяжения  $\langle 100 \rangle$ ): (а), (б), (в) – трещины клиновидной формы возникают в деформированном материале на краях образцов.

Предположение о том, что при определенных условиях транскристаллитная трещина в монокристалле иридия ведет себя как надрез в пластичном металле, подтверждается следующим. От обоих краев трещин, длина которых превосходила 0,04 мм (вернее от их верхних частей, начиная с расстояния 0,02 мм от основания), наблюдается отход следов деформации в виде тонких линий, ориентированных к оси растяжения под углами  $45^\circ$  и  $135^\circ$  (рис. 32). По внешнему виду и геометрии они напоминают СОС, и, поэтому, с большой долей уверенности, их можно считать следами октаэдрического скольжения. С увеличением длины трещины и началом отхода от ее краев СОС, ни форма трещины, включая острую вершину, ни ее угол раскрытия ( $\sim 10^\circ \div 15^\circ$ ) не меняются. Рост трещины приводит к увеличению числа СОС в пластической зоне над трещиной, а так, как их геометрия остается неизменной, то перед вершинами достаточно длинных ( $\sim 0,06$  мм) трещин формируется нечто подобное замкнутому каре из СОС (см. рис. 32). Причем, вопреки ожиданиям (если полагать, что СОС – являются проявлением механизма роста трещины), плотность следов деформации непосредственно перед вершиной трещины ничуть не выше, если не ниже, чем у ее краев. Следовательно, появление следов деформации у краев транскристаллитных трещин в монокристаллах иридия логичнее рассматривать как проявление локальной деформации вблизи концентратора напряжений, нежели как следствие действия некоего собственного механизма разрушения.

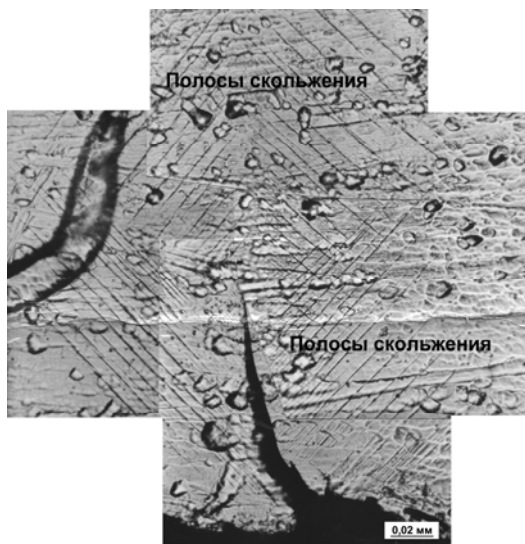


Рис. 32 Стадия развития транскристаллитных трещин в монокристаллах иридия (плоскость рабочей поверхности  $\{100\}$  направление растяжения  $\langle 100 \rangle$ ), когда от их краев наблюдается отход СОС.

Когда длина клиновидной трещины становилась порядка  $0,15 \div 0,2$  мм, СОС, отходящих от ее верхней части, больше не наблюдалось, хотя угол раскрытия и продолжал составлять те же  $10^\circ \div 15^\circ$  (рис. 33). И, если в среднем на образце приходилось несколько десятков транскристаллитных трещин длиной  $0,02 \div 0,08$  мм, то таких длинных трещин было на порядок меньше (всего несколько штук), и располагались они в непосредственной близости от места распада образца на части. Рост одной из таких трещин приводил к распаду образца на части по плоскости куба  $\{100\}$ . Признаков мелких трещин или сателлитов перед ее вершиной, как это имеет место при вязком разрушении ГЦК металлов [37], обнаружено не было.

На основании полученных данных можно «реконструировать» эволюцию транскристаллитной трещины на плоскости куба  $\{100\}$  в монокристалле иридия, растягиваемом вдоль «жесткого» направления  $\langle 100 \rangle$ . Во-первых, трещины возникают только в предварительно деформированных образцах, когда материал сильно упрочнен. Во-вторых, для их появления необходимо наличие растягивающих напряжений и мощных концентраторов напряжений. На момент зарождения трещины обладают клиновидной формой с углом при вершине порядка  $1^\circ$ , а их ориентировка определяется, с одной стороны, кристаллогеометрией образца, а, с другой, распределением растягивающих напряжений в местах зарождения. Важно отметить, что длина клиновидных трещин на поверхности монокристаллов иридия выбранной формы ограничена снизу величиной приблизительно  $0,02$  мм (то есть, более мелких трещин там нет), а длины остальных трещин были кратны этой величине.

Последующее приложение нагрузки приводит не к росту трещины, а к увеличению угла ее раскрытия до  $10^\circ \div 15^\circ$ . То есть под действием растягивающих напряжений у трещины начинают расходиться края, что следует рассматривать в качестве одного из путей релаксации напряжений за счет пластической деформации, но не образования свободной поверхности (разрушения). Подростание трещины происходит следующим образом. В вершине трещины с углом в  $10^\circ \div 15^\circ$  возникает трещина длиной около  $0,02$  мм и углом при вершине порядка  $1^\circ$ . По всей видимости, после зарождения и/или первого подростания трещины материал перед вершиной оказывается недостаточно сильно упрочненным для продолжения ее роста на хрупкий манер, и она начинает вести себя как надрез в пластичном металле. Однако после того как материал упрочнится до необходимого уровня, рост трещины возобновляется. Когда она достигает длины  $0,04 \div 0,06$  мм, расхождение краев под действием растягивающих напряжений начинает вызывать

появление следов деформации у краев трещины. Поскольку иридий – *пластичный ГЦК металл* (см. ГЛАВУ 2), то с большой степенью уверенности можно утверждать, что это СОС, а не двойники, тем более, что двойниковых ламелей на изломах обнаружено не было. «Замыкание» каре из СОС перед трещинами, длина которых превосходит 0,06 мм, подтверждает предположение о том, в данном случае трещина ведет себя как надрез. В верхних частях опасных трещин, то есть трещин, рост которых приводит к распаду образцов на части (длина  $0,15 \div 0,2$  мм), СОС нет, и это понятно, так как при таком соотношении длины трещины и ширины кристалла (примерно 1:10) даже незначительное расхождение краев трещины у основания должно вызывать ее рост и, как следствие, разрушение образца.



Рис. 33 Опасная транскристаллитная трещина, рост которой приводит к распаду образца на части, (длина трещины порядка 0,15 мм) в монокристалле иридия (плоскость рабочей поверхности  $\{100\}$ , направление растяжения  $\langle 100 \rangle$ ). Видно «каре» из СОС, через которое трещина прошла и то, что в верхней ее части СОС у краев нет.

Появление трещин на боковых поверхностях полированных монокристаллов, растягиваемых вдоль «мягкого» направления  $\langle 110 \rangle$ , происходило при удлинениях порядка  $5 \div 10\%$ , когда микротвердость иридия возрастала с 2500 МПа до 3500 МПа, а рабочая поверхность была покрыта СОС, направленными перпендикулярно оси растяжения. Имеется некоторая разница в удлинении до разрушения, однако она может быть объяснена тем, что при растяжении в направлении  $\langle 110 \rangle$  монокристалл в  $2 \div 3$  раза пластичнее и упрочняется он не так сильно, как при растяжении вдоль «жесткого» направления. И в этом случае трещины возникали преимущественно на выгнутых краях, да и то, при наличии там мощных концентраторов напряжений. Минимальная длина объектов на поверхности, которые можно было отнести к трещинам, лежала в пределах 0,02 мм; они обладали острыми вершинами, клиновидной формой с углами раскрытия в  $10^\circ \div 15^\circ$  и были ориентированы либо перпендикулярно к оси растяжения (рис. 34а), либо под углом в  $60^\circ$  (рис. 34б). Следов деформации, отходящих от краев таких трещин, обнаружено не было. Более крупные трещины, длина которых находилась в пределах  $0,04 \div 0,08$  мм или была в  $2 \div 4$  раза больше, тоже обладали клиновидной формой, острыми вершинами и углами раскрытия в  $10^\circ \div 15^\circ$ . Однако, в отличие от мелких трещин, все они были наклонены к оси растяжения  $\langle 110 \rangle$  под углом  $60^\circ$ , а

от одного из краев, составляющего острый угол с осью растяжения, отходили следы деформации (см. рис. 34в). У таких трещин удалось обнаружить признаки подрастания, когда в вершине уширенной трещины возникает новая трещина длиной около 0,02 мм и углом раскрытия порядка  $1^\circ$ , как у хрупких трещин в кремнии (рис. 34 г). Угол в  $60^\circ$  дает основание утверждать, что наблюдаемые трещины развиваются в плоскости  $\{210\}$  [28], которая является вторичной плоскостью скола для кубической решеткой [3,37].

К распаду образцов на части приводил индивидуальный рост одной из таких клиновидных трещин (рис. 35). Внешний вид и геометрия следов деформации около трещин указывают на то, что это СОС, возникшие вблизи трещины, когда она уширялась под действием растягивающих напряжений. То есть, и в этом случае, трещина способна вести себя как надраз в пластичном металле. Другой особенностью разрушения монокристаллов иридия, является то, что дефекты на поверхности являются местами наиболее вероятного зарождения трещин, однако траектории движения трещин определяются не их расположением, а исключительно кристаллогеометрией образца. Так на рис. 36 показаны трещины, возникшие на протяженных ростовых дефектах по границам которых, вроде бы и должны развиваться хрупкие трещины. Однако трещина не растет вдоль границы дефекта ни тогда, когда направление границы существенно отличается от расположения основной плоскости скола в образце (рис. 36а), что, в общем-то, понятно; ни тогда, когда они близки (рис. 36б). Такое возможно только в вязком пластичном металле, но не в хрупком кристалле [3,37]. Это подтверждает предположение о том, что монокристалл иридия становится хрупким в процессе пластической деформации, постепенно «расходуя» свой ресурс пластичности. В недеформированном же состоянии это пластичный материал, каковым и должен быть металл с ГЦК решеткой.

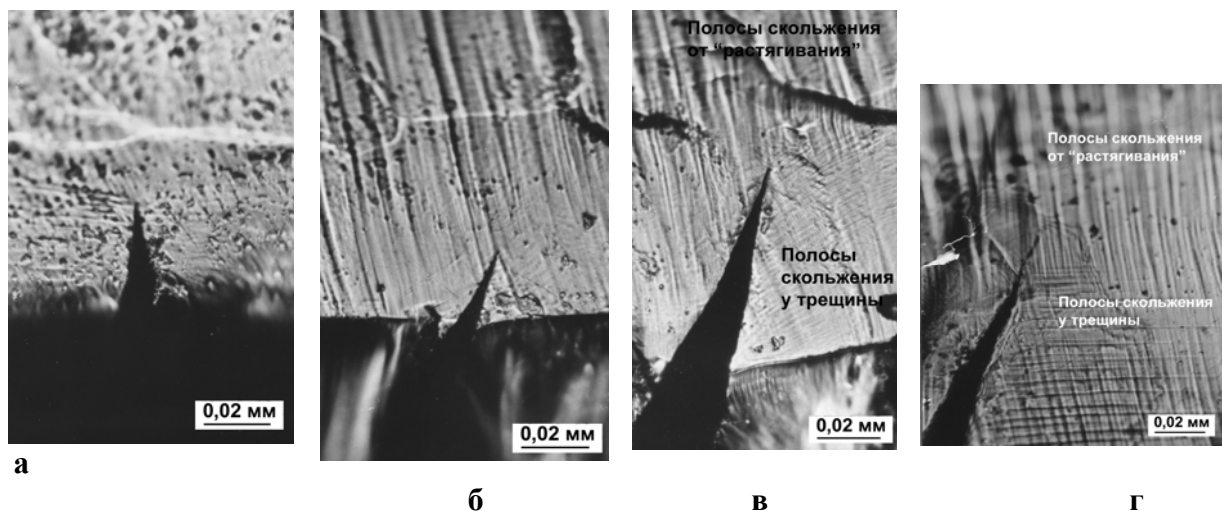


Рис. 34 Развитие транскристаллитных трещин в монокристаллах иридия (плоскость  $\{100\}$ , направление растяжения  $\langle 110 \rangle$ ). На начальном этапе развития (длина порядка 0,02 мм) отхода СОС от краев трещин не происходит, а сами трещины могут быть ориентированы либо по нормали к оси растяжения (а), либо под углом, соответствующим наклону плоскости скола к плоскости образца (б). При подрастании трещины от одного из их краев начинают отходить СОС (в), причем около вершин таких трещин их нет (г). Углы наклона трещин на (б, в и г) близки к  $60^\circ$ .

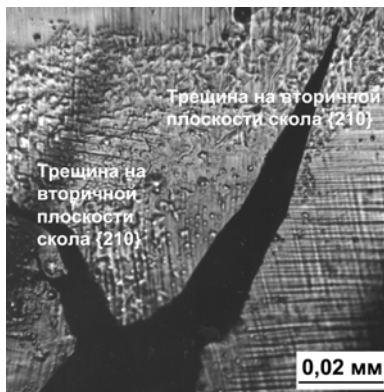
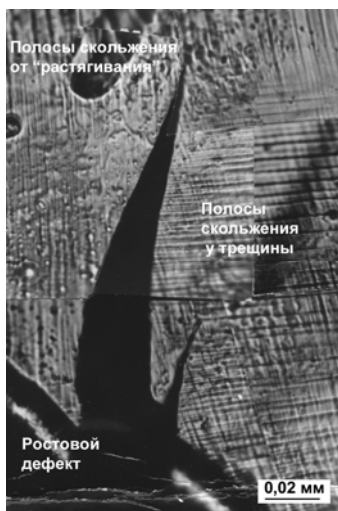


Рис. 35 «Ветвление» трещины в монокристалле иридия (плоскость рабочей поверхности  $\{100\}$ , направление растяжения  $\langle 110 \rangle$ ). Основная плоскость, по которой развивается трещина, – наиболее выгодно ориентированная плоскость  $\{210\}$ , но возможен рост трещины и по менее выгодно ориентированным плоскостям системы  $\{210\}$ .



а



б

Рис. 36 Развитие транскристаллитных трещин в монокристаллах иридия (плоскость рабочей поверхности  $\{100\}$ , направление растяжения  $\langle 110 \rangle$ ). Дефекты на поверхности кристалла являются местами наиболее вероятного появления трещины, но они не определяют траектории ее движения. Трещина развивается практически перпендикулярно дефекту роста (а). Направление движения трещины близко к направлению ростового дефекта (б).

Проанализировано развитие трещин на боковой поверхности монокристаллов иридия, собственной модой разрушения которых является хрупкое внутризеренное разрушение или транскристаллитный скол. На основании полученных результатов сделаны следующие выводы.

На боковой поверхности монокристаллов иридия обнаружены объекты, которые могут быть аттестованы как хрупкие транскристаллитные трещины.

Появление хрупких транскристаллитных трещин в изначально пластичном материале стало возможным благодаря потере монокристаллами иридия способности к пластической деформации. Причиной этого является накопление высокой плотности дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$  в форме высокоплотных дислокационных сеток, которые блокируют движение  $\langle 110 \rangle$  дислокаций. Стабильность сеток в массивном (3-х мерном) ГЦК кристалле обусловлена низкой подвижностью дислокаций в иридии при комнатных температурах.

Развитие трещины в монокристалле иридия определяется процессом «потери» способности к пластической деформации при приложении нагрузки. Если трещина находится в материале, не способном к деформации, то она растет подобно хрупкой трещине. Когда же трещина попадает в пока еще пластичный материал, она начинает вести себя подобно надрезу: угол при вершине увеличивается до  $10^\circ \div 15^\circ$ , а около ее краев возникают следы октаэдрического скольжения.



После «исчерпания» пластичности в этой области материала, рост трещины на хрупкий манер возобновляется.

Развитие трещин всегда происходит на низкоиндексных плоскостях: это плоскости скола в ГЦК решетке  $\{100\}$ ,  $\{210\}$ ,  $\{110\}$ . Однако поверхность разрушения всегда оказывается макроскопически параллельной только одной из плоскостей скола  $\{100\}$  или  $\{210\}$ , конкретный же выбор определяется кристаллографической ориентировкой образца. Вследствие этого на плоской поверхности излома монокристаллов возникают неровности, которые образуют ручейстые узоры.

### **ПРИЛОЖЕНИЕ 1. РАЗВИТИЕ ТРЕЩИН В МОНОКРИСТАЛЛАХ АЛЮМИНИЯ, ПОКРЫТЫХ СЛОЕМ ТВЕРДОГО ГАЛЛИЯ, ПРИ РАСТЯЖЕНИИ**

В этой части работы рассматривается механистическая картина развития трещин в покрытых галлием монокристаллах алюминия, поскольку это второй, после иридия, случай разрушения сколом чистого ГЦК металла в монокристаллическом состоянии. Полученные результаты были сопоставлены с данными по иридию.

### **ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

В нем приводятся основные результаты и сформулированы выводы.

### **ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ:**

Основными целями работы были: аттестация механизмов пластической деформации и разрушения тугоплавкого ГЦК металла; определение места иридия в ряду металлов с ГЦК решеткой (или же в чем состоят различия между тугоплавким ГЦК металлом и ГЦК металлом с температурой плавления ниже  $2000^{\circ}\text{C}$ ); а также построение физической модели хрупкого разрушения ГЦК металла.

Полученные экспериментальные результаты позволяют сделать однозначный вывод о том, что при комнатной температуре монокристаллы иридия и его высокопрочного сплава деформируются исключительно за счет октаэдрического скольжения полных дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$ . Вклад альтернативных механизмов деформации, таких как механическое двойникование или неоктаэдрическое скольжение, в пластическое течение обоих материалов отсутствует.

Высокое, более чем на порядок, значение пределов текучести иридия, по сравнению с остальными ГЦК металлами, связано с низкой подвижностью  $\langle 110 \rangle$  дислокаций. Этой же причиной вызваны сильное упрочнение и высокие значения пределов прочности иридия. Низкая подвижность  $\langle 110 \rangle$  дислокаций препятствует трансформации дислокационных сеток в малоугловые границы или ячеистую структуру, в результате чего основной дислокационной конфигурацией в иридии оказывается высокоплотная сетка. Следовательно, вся гигантская пластичность монокристалла иридия реализуется на стадии легкого скольжения. Поэтому при растяжении монокристаллов вдоль мягкого  $\langle 110 \rangle$  и жесткого  $\langle 100 \rangle$  направлений проявляется ориентационная анизотропия предела текучести, и наблюдается однородное распределение деформации по поверхности образца.

Собственной модой разрушения, как монокристаллов, так и поликристаллического иридия является хрупкое внутризеренное разрушение или транскристаллитный скол. Это позволяет говорить о подобии механизмов разрушения в моно- и поликристаллах иридия. При этом транскристаллитный скол на изломе иридиевого образца не означает, что материал не способен к пластической деформации. Появление на изломах иридиевых образцов хрупкого межзеренного

разрушения вызвано охрупчивающим действием неметаллических примесей, таких как углерод и кислород.

Развитие трещин в монокристаллах иридия изучали как на тонких фольгах для просвечивающего электронного микроскопа, так и на массивных образцах. Разрушение металлических фольг, как-то алюминия, или же тугоплавкого иридия, было аттестовано как вязкое. Единственное, что отличало картину растрескивания тонких фольг иридия от других ГЦК металлов, это торможение массивов испущенных из микротрещин дислокаций на высокоплотных дислокационных сетках. При растяжении иридиевых фольг в колонне микроскопа, дислокационные сетки, по какой-то причине теряли устойчивость, и дислокации в них начинали аннигилировать, вследствие чего различия между поведением иридиевой фольги и фольги из «обычного» ГЦК металла на стадии роста опасной трещины зигзагообразного профиля исчезали. И, поэтому, можно утверждать, что склонность к хрупкому внутризеренному разрушению является свойством только массивных иридиевых образцов.

Изучение боковых поверхностей массивных монокристаллов иридия после приложения растягивающей нагрузки показало, что там имеются объекты, которые могут быть аттестованы как хрупкие транскристаллитные трещины. Их появление в изначально пластичном ГЦК металле оказалось возможным в результате формирования в кристалле высокоплотной сетки из  $\langle 110 \rangle$  дислокаций, что приводит к потере способности к пластической деформации. Распад на части монокристаллов иридия происходит в результате роста одной такой хрупкой трещины. Кинетика роста опасной трещины определяется ходом «потери» кристаллом способности к пластической деформации: когда трещина попадает в материал, «исчерпавший» ресурс пластичности, она растет на хрупкий манер, а если «выходит» из него, то ведет себя подобно надрезу в пластичном образце. Распространяются они исключительно по низкоиндексным плоскостям  $\{100\}$ ,  $\{210\}$ ,  $\{110\}$ , однако поверхность разрушения всегда оказывается макроскопически параллельной либо плоскости куба, либо  $\{210\}$ . Вследствие чего на плоской поверхности излома монокристалла иридия возникают неровности, которые образуют ручейстый узор.

Представляется, что основное отличие иридия от остальных ГЦК металлов, которое определяет его место в ряду материалов с такой решеткой, это высокая температура плавления или же сильные межатомные связи в решетке. Именно с этим связаны низкая подвижность дефектов-носителей пластической деформации – полных дислокаций с векторами Бюргерса  $\langle 110 \rangle$  и аномально высокий предел текучести. По свойствам же, которые определяются кристаллической решеткой, а именно: механизму пластической деформации и характеру эволюции дислокационной структуры, по крайней мере, качественных различий обнаружено не было. Так механизм деформации у всех ГЦК металлов один и тот же (октаэдрическое скольжение  $\langle 110 \rangle$  дислокаций), равно как и то, что вклад альтернативных механизмов в пластическое течение исчезающее мал. И дислокационная структура в поле механических сил эволюционирует одинаковым образом: стадия накопления одиночных дислокаций, стадия формирования сеток, стадия трансформации сеток в ячеистую структуру. Отличие только в том, что в иридии последняя стадия реализуется только в случае сильнодеформированного материала (неотожженных проволок), когда на образцах круглого сечения происходит образование шейки уже при комнатных температурах.

Что же касается собственной моды разрушения иридия, то она, безусловно, отличается оттого, что наблюдается в ГЦК металлах с температурами плавления ниже  $2000^\circ\text{C}$ . Однако данное отличие практически никак не сказывается на спо-

способности иридия к пластической деформации. Оно также обусловлено сильными межатомными связями в иридии.

И в заключение о физической модели хрупкого разрушения ГЦК металла. Под этим термином обычно понимается описание условий и механизмов, благодаря действию которых в пластичном металле с ГЦК решеткой оказывается возможным зарождение и развитие хрупких трещин<sup>2</sup>. Появление хрупкой (транскристаллитной) трещины в ГЦК металле становится возможным при условии неспособности материала к дальнейшей пластической деформации и при приложении к образцу растягивающих напряжений. В чистом металле с ГЦК решеткой такая возможность реализуется только в случае тугоплавкого иридия, когда благодаря низкой подвижности  $\langle 110 \rangle$  дислокаций в кристалле накапливается высокая плотность дислокаций в форме высокоплотных сеток. Такие сетки блокируют движение дефектов-носителей пластической деформации, создавая, тем самым, условия для появления и роста хрупкой трещины.

#### ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ ОТРАЖЕНО :

1. Панфилов П.Е., Ермаков А.В., Батурин Г.И., Тимофеев А.И., Деформация и разрушение монокристаллов иридия при комнатной температуре.// ФММ. – 1989 – том 67, № 4, сс. 813-817,
2. Ермаков А.В., Панфилов П.Е., Колтыгин В.М, Орлов А.М., Дмитриев В.А., О хрупкости иридия// Тез. докл. XIII Всесоюзн. Совещ. «Получение, структура, физические свойства и применение высокочистых монокристаллических тугоплавких и редких металлов», Суздаль, 1990, с. 7,
3. Yermakov A., Panfilov P., Adamesku R., The main features of plastic deformation of iridium single crystals.// J. Mater. Sci. Lett. – 1990 – vol. 9, pp. 696-697,
4. Panfilov P., Yermakov A., Baturin G., The cause of cleavage in iridium single crystals.// J. Mater. Sci. Lett. – 1990 – vol. 9, pp. 1162-1164,
5. Panfilov P., Baturin G., Yermakov A., Evolution of cracks in thin foils and massive crystals of iridium.// Int. J. Fracture. – 1991 – vol. 50, pp.153-157,
6. Panfilov P., Yermakov A., Dmitriev V., Timofeev N., Plastic flow of iridium.//, Platinum Metals Rev. – 1991 – vol. 35, No 4, pp. 196-200,
7. Panfilov P., Novgorodov V., Baturin G., An evolution of microcracks in thin foil of face-centred cubic metal.- J. Mater. Sci. Lett. – 1992 – vol. 11, pp. 229-232,
8. Panfilov P., Yermakov A., Baturin G., The brittle cracking of single crystals of pure metals// Сб. «The processing, properties and applications of metallic and ceramic materials, Vol. II (eds. M. H. Loretto and C. J. Beevers)», Birmingham, MCE Publishers, 1992, pp. 811-816,
9. Панфилов П.Е., Новгородов В.Г., Батурин Г.И., Рост транскристаллитных трещин в хрупком и охрупченном г.ц.к.-металлах// Тез. докл. I Междунар. Сем. «Эволюция дефектных структур в металлах и сплавах», Барнаул, АлПИ, 1992, сс. 163-164,
10. Ермаков А.В., Богаченко С.Г., Панфилов П.Е., Разрушение поликристаллического иридия и сплава иридий-рений-рутений при температурах 20°C-1500°C// Тез. докл. «XV Черняевского совещания по химии, анализу и технологии платиновых металлов», Москва, 1993, с.262,
11. Ермаков А.В., Кузьменко Г.Ф., Панфилов П.Е., Пластическая деформация и разрушение монокристаллов рутения при комнатной температуре// Тез. докл.

---

<sup>2</sup> Сразу же из обсуждения должно быть исключено охрупчивание металлической матрицы под воздействием извне.

- «XV Черняевского совещания по химии, анализу и технологии платиновых металлов», Москва, 1993, с.263,
12. Panfilov P., Novgorodov V., Yermakov A., Fracture behaviour of polycrystalline iridium under tension in the temperature range 20-1500°C.// J. Mater. Sci. Lett. – 1994 – vol. 13, pp. 137-141,
  13. Panfilov P., Yermakov A., Plastic deformation and fracture of ruthenium single crystals// Platinum Metals Rev. – 1994 – vol. 38, No 1, pp. 12-15,
  14. Adamesku R., Grebenkin S., Yermakov A., Panfilov P., On mechanical twinning in iridium under compression at room temperature// J. Mater. Sci. Lett.– 1994 – 13, pp. 865-867,
  15. Панфилов П.Е., Бруннер Д., Разрушение монокристаллов железа, деформируемых при температурах 4,5 - 48K// Тез. докл. VII Международного семинара «Структура дислокаций и механические свойства металлов и сплавов, Часть II», Екатеринбург, 1996, с.158,
  16. Панфилов П.Е., Ермаков А.В., О механизме деформации монокристаллов рутения// Тез. докл. «XVI Международного Черняевского совещания по химии, анализу и технологии платиновых металлов», Москва, 1996, с.247,
  17. Панфилов П.Е., Ермаков А.В., Хрупкое разрушение иридия// Тез. докл. «XVI Международного Черняевского совещания по химии, анализу и технологии платиновых металлов», Москва, 1996, с.248,
  18. Ермаков А.В., Панфилов П.Е., Богаченко С.Г., Свойства иридия и сплавов на его основе// Тез. докл. «XVI Международного Черняевского совещания по химии, анализу и технологии платиновых металлов», Москва, 1996, с.253,
  19. Ермаков А.В., Тимофеев Н.И., Дмитриев В.А., Панфилов П.Е., Основы металлургии и технологии производства изделий из иридия// Тез. докл. VI Междунар. Конф. «Производство и эксплуатация изделий из сплавов благородных металлов», Екатеринбург, 1996, с.8,
  20. Тимофеев Н. И., Ермаков А. В., Дмитриев В. А., Панфилов П. Е., “Основы металлургии и технологии производства изделий из иридия”, Екатеринбург: УрО РАН, 1996, 119 с.,
  21. Панфилов П.Е., Ермаков А.В., Исследование влияния металлических расплавов на механические свойства иридия// Тез. докл. II Междунар. конф. «Благородные и редкие металлы БМР-97 ч. III», Донецк, 1997, с. 95-96,
  22. Тимофеев Н.И., Ермаков А.В., Дмитриев В.А., Панфилов П.Е., Основы металлургии, технологии производства и области применения изделий из иридия// Сб. «Производство и эксплуатация изделий из благородных металлов», Екатеринбург, УрО РАН, 1997, сс.68-76,
  23. Panfilov P., Gagarin Yu. L., Evolution of transcrystalline cracks in gallium-covered aluminium crystals// J. Mater. Sci. Lett. – 1998 – vol. 17, pp. 1765–1768,
  24. Panfilov P., Gagarin Yu. L., Shur V. Ya. Fracture of  $Gd_2(Mo)_4$  single crystals.// J. Mater. Sci. – 1999 – vol. 34, pp. 241-246,
  25. Panfilov P., Brittle transcrystalline fracture in plastic face-centered cubic metal iridium.// in “Iridium” Eds. Ohriner E.K., Lanam R.D., Panfilov P. and Harada H., Publication of TMS, USA, 2000, pp. 27–40,
  26. Panfilov P., On Specific features in mechanical behaviour of iridium.// in “Iridium” Eds. Ohriner E.K., Lanam R.D., Panfilov P. and Harada H., Publication of TMS, USA, 2000, pp.93–100,
  27. Ермаков А.В., Тимофеев Н.И., Панфилов П.Е., Кузьменко Г.Ф., Использование массивных монокристаллов в производстве изделий из иридия// Тез. докл. «IX

- Нац. конф. по росту кристаллов», Москва, 2000, с.69,
28. Панфилов П.Е., Ермаков А.В., Хрупкое межзеренное разрушение иридия, Тез. докл. III Междунар. конф. «Благородные и редкие металлы БМР-97», Донецк, 2000, с. 380,
  29. Panfilov P., Yermakov A, Brittle fracture in polycrystalline iridium// in “Volume of Abstracts of the 6<sup>th</sup> International Conference on Fundamentals of Fracture (ICFF-6), Cirencester, U.K. 25<sup>th</sup>-30<sup>th</sup> March 2001, Publication of the Oxford University, U.K., 2001, pp.O-11,
  30. Panfilov P., Evolution of cracks in gallium-covered aluminium crystals// in “Volume of Abstracts of the 6<sup>th</sup> International Conference on Fundamentals of Fracture (ICFF-6), Cirencester, U.K. 25<sup>th</sup>-30<sup>th</sup> March 2001, Publication of the Oxford University, U.K., 2001, pp. P-26,
  31. Panfilov P., Shur V. Ya. Fracture of twinned ferroelastic crystal Gd<sub>2</sub>(MoO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>// in “Volume of Abstracts of the 6<sup>th</sup> International Conference on Fundamentals of Fracture (ICFF-6), Cirencester, U.K. 25<sup>th</sup>-30<sup>th</sup> March 2001, Publication of the Oxford University, U.K., 2001, pp.P-27.
  32. Panfilov P., Yermakov A., Brittle intercrystalline fracture in iridium// Platinum Metals Rev. – 2001 – vol. 45, № 4, pp. 179–183,
  33. Панфилов П.Е., Ермаков А.В., Причины хрупкости иридия// Цветная металлургия – 2001, том 12, № 10, сс. 37–38,
  34. Panfilov P., Yermakov A., Brittle transcrystalline and intercrystalline fracture in polycrystalline fcc-metal (iridium)// in «Mechanisms and mechanics of fracture: symposium in the honor of Professor J. F. Knott» Eds. Soboyejo W.O., Lewandowskii J.J. and Ritchie R.O, Publication of TMS, USA, 2002, pp. 229–334,
  35. Panfilov P. and Yermakov A., On brittle fracture in pure polycrystalline fcc-metal// in «ASM 2002 Materials Solutions and TMS 2002 Fall Meeting, Final program, October 7-10, 2002» Columbus, USA, 2002, p. 126,
  36. Ермаков А.В., Панфилов П.Е., Кузьменко Г.Ф., Тимофеев Н.И., Дмитриев В.А., О перспективах развития контейнерных материалов на основе иридия// Тез. докл. «X Нац. Конф. по росту кристаллов», Москва, 2002, с. 603,
  37. Панфилов П.Е., Механизмы релаксации напряжений в вершине трещины у металлов с гцк решеткой// Тез. докл. II Междунар. Конф. «Разрушение и мониторинг свойств металлов», Екатеринбург, 2003, с. 36 – 37,
  38. Panfilov P., Yermakov A., Mechanisms of inherent and impurity-induced brittle intercrystalline fracture in pure fcc-metal iridium// in «Abstracts of ICF Interquadrennial Conference Fracture at Multiple Dimensions» Moscow, 2003, p. 49,
  39. Panfilov P., Yermakov A., On brittle fracture in polycrystalline iridium// J. Mater. Sci. – 2004 – vol. 39, № 7, pp. 4543–4552,
  40. Panfilov P., Yermakov A., Mechanisms of inherent and impurity-induced brittle intercrystalline fracture in pure FCC-metal iridium// Int. J. Fracture – 2004 – vol. 128, № 7-8, pp. 147–151.

#### СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 - Надаи А. Пластичность и разрушение твердых тел// М.: Иностранная литература, 1954, -648 с.,
- 2 - Смит М.К. Основы физики металлов// М.: Металлургиздат, 1959, -456 с.,
- 3 - Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов// М.: Мир, 1972, - 408 с.,
- 4 - «Охрупчивание конструкционных сталей и сплавов» под ред Брайента К.Л.. Бенерджи С.К., М: Металлургия, 1988, 552 с.,

- 5 - WebElements - The Periodic Table on the WWW: Professional Edition: Iridium: key information; <http://www.webelements.com/webelements/elements/text/Ir/key.html>),
- 6 - Douglass R.W., Krier A., Jaffee R.I., // Batelle Memorial Institute, Report NP-10939, August 1961,
- 7 - Haasen P., Hieber H., Mordike B.L. Die plastische verformung von iridium einkristallen. // Zt. Metallkde.-1965.- vol. 56, No 12, pp. 832 – 841,
- 8 - Brookes C.A., Greenwood J.H., Routbort J.L. Brittle fracture in iridium single crystals. // J. Appl. Phys.-1968.- vol. 39, No 5, pp. 2391 – 2395,
- 9 - Reid C.N., Routbort J.L. Malleability and plastic anisotropy of iridium and copper.// Metall. Trans.-1972.- vol. 3, No 9, pp. 2257 – 2260,
- 10 - Mordike B.L., Brookes C.A. The tensile properties of iridium at high temperatures.// Platinum Metals Rev.- 1960.- vol. 4, No 3, pp. 94 – 99,
- 11 - Douglass R.W., Jaffee R.I. Elevated-temperature properties of rhodium, iridium and ruthenium.// Proc. ASTM.-1962.- vol. 62, pp. 627 – 637,
- 12 - Reinacher G. Beitrag zur kurzzeitstandfestigkeit von platinmetallen. VI. Iridium. // Metall.-1964.- vol. 18 , No 7, pp. 731 – 836,
- 13 - Brookes C.A., Greenwood J.H., Routbort J.L. The high temperature tensile properties of iridium single crystals.// J. Inst. Metals.-1970.- vol. 98, pp. 27 – 31,
- 14 - Херцберг Р.В. Деформация и разрушение конструкционных материалов// М.: Металлургия, 1989, -620с.,
- 15 - Владимиров В.И. Физическая природа разрушения материалов// М.: Металлургия, 1984, -280 с.,
- 16 - Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов// М.: Металлургия, 1986, -224 с.,
- 17 - Фридель Ж., Дислокации// М.: Мир, 1967, - 627 с.,
- 18 - Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций// М.: Атомиздат, 1972, -600 с.,
- 19 - Трефилов В.И., Мильман Ю.В, Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов// Киев.: Наукова думка, 1975, -315 с.,
- 20 - Тимофеев Н.И., Ермаков А.В., Дмитриев В.А., Панфилов П.Е., “Основы металлургии и технологии производства изделий из иридия”, Екатеринбург: УрО РАН, 1996, 119 с.,
- 21 - Hecker S.S., Rohr D.L., Stein D.F. Brittle fracture in iridium.// Metall. Trans.- 1978.- vol. 9A , No 4, pp. 481 – 488,
- 22- George E.P., McKamey C.G., Ohriner E.K., Lee E.H., Deformation and fracture of iridium: microalloying effects.// Mater. Sci. Eng.-2001.- A319-321, pp. 466 – 470,
- 23 - Hieber H., Mordike B.L., Haasen P. Deformation of zone-melted iridium single crystals. // Platinum Metals Rev.-1964.- vol. 8, No 4, pp. 102 – 106,
- 24 - MacFarlane R.E., Rayne J.A., Jones C.K. Temperature dependence of elastic moduli of iridium.// Phys. Lett.- 1966. - vol. 20, No 2, pp. 234 – 235,
- 25 - Yermakov A., Panfilov P., Adamesku R., The main features of plastic deformation of iridium single crystals.// J. Mater. Sci. Lett.- 1990, vol. 9, pp. 696-697,
- 26 - Бернер Р., Кронмюллер Г. Пластическая деформация монокристаллов// М.: Мир, 1969, - 272 с.,

- 27 - Panfilov P., On Specific features in mechanical behaviour of iridium.// in "Iridium" Eds. Ohriner E.K., Lanam R.D., Panfilov P. and Harada H., Publication of TMS, USA, 2000, pp.93 – 100,
- 28 - Келли А., Гровс Г., Кристаллография и дефекты в кристаллах// М.: Мир, 1974, - 496 с.,
- 29 - Ermakov A.V., Klotsman S.M., Pushin V.G., Timofeev A.N., Kaigorodov V.N., Panfilov P.Ye., Yurchenko L.I., Recrystallization of deformed single crystals of iridium» // Scripta Mater.- 2000, vol. 42, No 2, pp. 209 – 212.
- 30 - Panfilov P., Novgorodov V., Yermakov A., Fracture behaviour of polycrystalline iridium under tension in the temperature range 20-1500°C.// J. Mater. Sci. Lett.- 1994, vol. 13, pp. 137-141,
- 31 - Нотт Дж., «Основы механики разрушения», М: Металлургия, 1978, 256 с.,
- 32 - Lyles R.L., Wilsdorf H.G.G.R. Microcrack nucleation and fracture in silver crystals.// Acta Metall. -1975 - vol. 23, No 2, pp. 269 – 277,
- 33 - Wilsdorf H.G.R. The role of glide and twinning in the final separation of ruptured gold crystals.// Acta Metall. – 1982 - vol. 30, pp. 247 – 1258,
- 34 - Robertson I.M., Birnbaum H.K. An HVEM study of hydrogen effects on the deformation and fracture of nickel.// Acta Metall.-1986.- vol. 34, No 3, pp. 353 – 366,
- 35 - Higashida K., Narita N., Tanaka M., Morikawa T., Miura Y., Onodera R. Crack tip dislocations in silicon characterized by high-voltage electron microscopy.// Phil. Mag.- 2002, vol. 82, No 17/18, pp. 3263 – 3274,
- 36 - Horton J.A. Ductility and fracture in L1<sub>2</sub> intermetallic alloys.// Proceedings of the First Pacific Rim International conference on advanced materials and processing (PRICM-1), Eds. C. Shi, H. Li and A. Scott, TMS publication, 1992, pp. 745 – 750,
- 37 - Екобори Т., «Физика и механика разрушения и прочности твердых тел», М: Металлургия, 1971, 264 с.,

Подписано в печать .....2005 Тираж .....экз. Заказ .....

Усл. печ. л. ....

Участок оперативной полиграфии УрГУ